

DESARROLLO DE UN MATERIAL COMPUESTO A PARTIR DE CELULOSA Y POLIESTIRENO EXPANDIDO RESIDUAL

SILVIA JULIANA CASTRO REYES

**Trabajo de grado para optar al título de
Ingeniera ambiental**

**Directora
Ing. Adriana María Quinchía F. PhD.**



**UNIVERSIDAD EIA
PROGRAMAS ACADÉMICOS EN LOS QUE SE ENMARCA
ENVIGADO
2017**

AGRADECIMIENTOS

Especiales agradecimientos a mi directora de tesis Adriana María Quinchía y a Marco Valencia quienes me acompañaron y guiaron en este proceso, no hay más que sentimientos de admiración por ustedes. Al ingeniero Carlos Giraldo, gerente de Comercipol por su invaluable colaboración en la formulación y procesos como el despentanado del poliestireno, así como en los diferentes parámetros para llegar a obtener pellets que sirvan para la elaboración de productos finales. A mi familia por su apoyo incondicional durante mi formación personal y profesional y a todas aquellas personas que de una forma u otra han hecho posible este trabajo de grado.

CONTENIDO

	pág.
INTRODUCCIÓN.....	12
1. PRELIMINARES.....	13
1.1 Planteamiento del problema	13
1.2 Objetivos del proyecto	15
1.2.1 Objetivo General	15
1.2.2 Objetivos Específicos	15
1.3 Marco de referencia	15
1.3.1 Polímeros termoplásticos:	15
1.3.2 Propiedades de los termoplásticos	15
1.3.2 Celulosa residual proveniente de lodo paplero.....	16
1.3.3 Matriz polimérica:.....	16
1.3.4 Materiales compuestos a partir de polímeros:.....	16
1.3.5 Legislación para disposición de lodos:	17
1.3.6.1 Internacional:	17
1.3.6.2 Nacional: Colombia.....	19
1.4 Antecedentes	19
2. METODOLOGÍA.....	22
2.1 Preparación de los materiales	22
2.1.1 Preparación de la celulosa residual.....	22
2.1.2 Preparación del poliestireno residual.....	22
2.2 Caracterización de los materiales.....	25

2.3	Preparación de mezclas y pellets	25
2.3.1	Diseño de experimento	25
2.3.2	Elaboración de la mezcla.....	26
2.3.3	Extrusión y peletizado de las mezclas	27
2.3.4	Inyección de los pellets.....	28
2.3.5	Pruebas mecánicas y físicas:	28
3.	PRESENTACIÓN Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS	30
3.1	Caracterización de los materiales.....	30
3.1.1	Lodo residual:	30
3.1.2	Poliestireno:	31
3.2	PREPARACIÓN DE LAS MEZCLAS.....	32
3.3	Pruebas físicas y mecánicas de las probetas.....	34
3.3.1	Pruebas mecánicas:	34
3.3.2	Pruebas físicas	44
3.4	Pruebas Preliminares de inyección de productos comerciales	54
4.	CONCLUSIONES Y CONSIDERACIONES FINALES	57
	REFERENCIAS	59
	ANEXO 1	61
	ANEXO 2.....	68

LISTA DE TABLAS

	pág.
Tabla 1. Matriz para el análisis estadístico	25
Tabla 2. Proporciones de mezcla	26
Tabla 3. Resultado de las pruebas mecánicas	35
Tabla 4. Resistencia a la tracción a diferentes velocidades	37
Tabla 5. Análisis de varianza para la resistencia a la tracción	38
Tabla 6. Grupos homogéneos para la resistencia a la tracción	39
Tabla 7. Análisis de varianza para la dureza	41
Tabla 8. Grupos homogéneos para la dureza	42
Tabla 9. ANOVA para la densidad por el % de CR	43
Tabla 10. LSD con 95% de confianza para la densidad	44
Tabla 11. Grupos funcionales según FTIR	50
Tabla 12. Resultado Tg para las muestras	53

LISTA DE FIGURAS

	pág.
Ilustración 1. Lodo de papel en horno	22
Ilustración 2. Lodo molido y tamizado	22
Ilustración 3. PS picado	23
Ilustración 4. Autoclave	23
Ilustración 5. Molino de cuchillas	24
Ilustración 6. PS despentanado y molido	24
Ilustración 7 pulverizadora	24
Ilustración 8. Maquina mezcladora	27
Ilustración 9. Parámetros de extrusión	27
Ilustración 10. Peletizadora	28
Ilustración 11. Inyectora	28
Ilustración 12. Durómetro	29
Ilustración 13. Prueba de densidad	29
Ilustración 14. Espectro de Infrarrojo con Transformada de Fourier para el lodo de papel	30
Ilustración 15. Microscopía electrónica de barrido del lodo de papel, a 500 µm.....	31
Ilustración 16. Acercamiento de la estructura superficial del lodo a 100 µm.	31
Ilustración 17. FTIR Poliestireno despentanado	32
Ilustración 18. Microscopía Electrónica	32
Ilustración 19. Mezcla entre PS y CR.....	33

Ilustración 20. Extrusión de las mezclas	33
Ilustración 21. Pellets del material compuesto	33
Ilustración 22. Probetas inyectadas	34
Ilustración 23. Probetas según el porcentaje de CR (1-0%; 2-5%; 3-11%, 4-16%; 5-21%; 6-24%; 7-32%)	34
Ilustración 24. Comparación de medias de resistencia a la tracción con respecto a la CR.	39
Ilustración 25. Resistencia a la tracción según velocidades de prueba y contenido de CR	40
Ilustración 26. Dureza con respecto al % de CR.....	41
Ilustración 27. Dureza con respecto al contenido de CR	42
Ilustración 28. Densidad con respecto al % de CR	44
Ilustración 29 Microscopía Electrónica de Barrido de las diferentes muestras	48
Ilustración 30. FTIR para el PS despentanado y el blanco (0% CR)	49
Ilustración 31. FTIR para las muestras 1 (5%CR) , 2 (11%CR) y 3 (16%CR)	49
Ilustración 32. FTIR para las muestras 5 (21%CR), 6 (24%CR) y 7 (32%CR)	50
Ilustración 33. Curvas de DSC	54
Ilustración 34. Mangos para cuchillos con la mezcla de 11% de carga	55
Ilustración 35. Llaveros con la mezcla de 11% de carga	55
Ilustración 36. DSC M1	68
Ilustración 37. DSC M3	68
Ilustración 38. DSC M4	69
Ilustración 39. DSC M5	69
Ilustración 40. DSC M6	70
Ilustración 41. DSC M7	70

LISTA DE ANEXOS

<u>ANEXO 1</u>	61
<u>ANEXO 2</u>	68
	pág.

RESUMEN

La Celulosa Residual (CR) proveniente de la industria papelera y el poliestireno expandido, hacen parte de los residuos que representan una problemática ambiental, social y económica por su volumen y difícil disposición, que genera contaminación de recursos naturales con consecuencias para el ser humano. En este estudio se utilizaron estos residuos para el desarrollo de un material compuesto como propuesta de solución a esta problemática, para su elaboración se realizaron compuestos de diferentes proporciones de mezcla entre el poliestireno, la celulosa residual y estireno-butadieno-estireno (SBS) como acoplante. Para el desarrollo del proyecto, se requirió despentanar, moler y pulverizar el PS. La CR fue secada, molida y pulverizada antes de incorporarla a la mezcla; los materiales fueron homogeneizados para luego pasar por un proceso de extrusión y peletización, finalmente los pellets obtenidos, fueron inyectados para la fabricación de probetas de ensayo. Las muestras fueron analizadas bajo parámetros mecánicos y físicos, donde se encontró que con un contenido de 11% de CR, se pueden aumentar las propiedades mecánicas del elastómero termoplástico (TR), haciendo posible la inyección de un producto comercial.

Palabras clave: Celulosa residual (CR), Poliestireno Residual (PS), Material compuesto polimérico.

ABSTRACT

Residual Cellulose (CR) from the paper industry and expanded polystyrene, which represents an environmental, social and economic problem because of its volume and difficult disposal, which can contaminate natural resources with consequences for humans health. In this study, these residues are used for the development of a composite as a solution to this problem. For the production of mixtures of different proportions between polystyrene, residual cellulose and Styrene-Butadiene-Styrene (SBS) as coupler. For the development of the project processes like gas removal, grind and pulverize the PS were required. The CR was dried, ground and pulverized before it was incorporated into the mixture. The materials were homogenized and then passed through an extrusion and pelletization process, finally the pellets were injected for the manufacture of test specimens. The samples were analyzed under mechanical and physical parameters, the results showed that with a content of 11% CR, it can increase the mechanical properties of the thermoplastic elastomer (TR), making possible the injection of a commercial product.

Keywords: Residual Cellulose (CR), polystyrene (PS), Composite.

INTRODUCCIÓN

La generación acelerada de residuos a nivel mundial representa un problema ambiental por su volumen y disposición, únicamente en Colombia se generan aproximadamente 30.000 ton de residuos sólidos al día de los cuales 92% son llevados a rellenos sanitarios y únicamente un 5% es reutilizado. La mala disposición de los residuos trae como consecuencia la contaminación del agua, aire y suelo generando enfermedades e infecciones que atentan contra la salud humana (Melorose, Perroy, & Careas, 2015). Como parte de esta generación de residuos se encuentra el lodo papeler, que se genera como resultado de la producción de papel, una industria creciente que por medio de este residuo contamina fuentes hídricas, genera gases de efecto invernadero e implica grandes costos de disposición por sus condiciones de reología y volumen, que le dan la característica de residuo especial. Así mismo, el poliestireno expandido representa otro residuo de difícil disposición y de alta generación, debido a sus múltiples usos entre otros como aislantes térmicos, desechables para alimentos y protectores de mercancías nuevas, los cuales terminan acumulándose en los rellenos sanitarios sin ninguna oportunidad de reciclaje o reutilización.

Este estudio busca valorizar dos residuos por medio del desarrollo de un material compuesto. Para llevarlo a cabo, se elaboraron 7 diferentes proporciones de mezcla entre celulosa residual proveniente del lodo papeler y poliestireno expandido residual. Las mezclas fueron extruidas, peletizadas e inyectadas en moldes con el fin de tener un producto comercial.

Cada muestra se analizó bajo parámetros mecánicos y físicos como resistencia a la tracción, densidad, dureza y pruebas de caracterización superficial como SEM, DSC y FTIR. Las comparaciones de estos análisis demostraron que es posible realizar un material compuesto a partir de estos residuos, encontrando porcentajes óptimos de mezclas que permiten variar las propiedades originales de cada material residual e incluso dando un potencial uso al material resultante comparable con productos comerciales similares.

1. PRELIMINARES

1.1 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

La disposición de residuos se ha convertido en un problema para la sociedad por su mala disposición y los grandes volúmenes de generación. La mala disposición de los residuos trae como consecuencia la contaminación del agua, suelo y aire, además de emitir olores desagradables y generar focos de enfermedades e infecciones. Solo en Colombia se generan aproximadamente 30.000 toneladas de residuos sólidos al día, donde el 92% de estos son dirigidos a rellenos sanitarios y únicamente el 5% tiene algún proceso de reutilización (Melorose, Perroy, & Careas, 2015).

Dentro de esos residuos se encuentra el lodo papelerero que se genera como resultado de la producción de papel. En Colombia se generan 1,2 millones de toneladas de papel al año y por cada tonelada de papel producido se generan alrededor de 50kg de lodo (Gottumukkala, Haigh, Collard, van Rensburg, & Görgens, 2016). La industria de papel y cartón ha venido creciendo en Colombia, hace parte del 3,6% del PIB del país y su producción ha tenido un aumento del 6% en el año 2015 (Ministerio de Industria Comercio y turismo, 2015). Esto implica un crecimiento en la producción y por lo tanto un aumento en los residuos.

La emisión de estos residuos genera gases efecto invernadero y contaminación de las fuentes hídricas, pero además implican un costo adicional para su disposición, debido a que existen restricciones legales por sus condiciones de volumen y reología (Robus, Gottumukkala, van Rensburg, & Görgens, 2016). Cuando se encuentran a la intemperie, estos son considerados como residuos especiales (Quinchía, Irwin, & Ramírez, 2007) lo cual incrementa los costos tanto por la recolección como por la disposición, debido a que no se deben disponer en rellenos sanitarios para residuos ordinarios, sino en mono rellenos adecuados a las especificaciones de estos residuos según el decreto supremo N° 004 de 2017 del MINAM. Los factores que elevan los costos de la disposición son: frecuencia de recolección según el volumen (artículo 35 del decreto 1713), el tipo de vehículo destinado que debe ser compatible con el volumen (art 38 decreto 1713) y las licencias especiales ambientales necesarias para su disposición (El decreto reglamentario 1220 de 2005).

Muchas han sido las alternativas de valorización de estos residuos industriales, tales como aditivos en elementos constructivos, absorbentes de materiales peligrosos, aplicación directa al suelo, combustión, entre otras; en Medellín, aplicaciones como producción de ladrillos, camas avícolas y equinas, compostaje y recuperación de suelos degradados, consume anualmente un promedio del 9% de la producción, dejando una gran parte para su disposición final, sin embargo dadas las características del lodo papelerero es necesario proponer usos que no solo representen un consumo en masa del residuo, sino también que permitan su aplicación novedosa en alternativas viables y necesarias para el medio (Quinchía, 2004).

Por otro lado, la generación de residuos provenientes del poliestireno expandido (EPS) representa otro problema ambiental, pues se estima que sólo en la ciudad de Medellín, se llegan a acumular más de 5.000 m³ mensuales. Este residuo termina acumulándose

finalmente en rellenos sanitarios, sin presentar re-uso o valorizaciones, lo que implica la reducción de espacio útil en sitios de disposición (López, 2014).

Lo que se busca en este trabajo es utilizar estos dos residuos para formar un material compuesto que pueda tener usos industriales aportando a la solución de este problema. Diferentes materiales celulósicos como harina de madera y fibras de celulosa se han utilizado para mejorar la resistencia a la tracción, a la flexión y propiedades térmicas de varias matrices poliméricas, dando así lugar a materiales compuestos con aplicaciones finales importantes (González-Sánchez et al., 2014) como maderas plásticas, hueso artificial, ollas, compuestos para el parque automotriz, pues además puede disminuir la densidad dando paso a un gran potencial industrial (Poletto, Dettenborn, Zeni, & Zattera, 2011).

La valorización de estos residuos para formar un material compuesto trae grandes beneficios, pues se están utilizando dos residuos que en condiciones normales habrían finalizado su vida útil en la fabricación de artículos que demanda la industria. De esta forma estos residuos podrían reemplazar la materia prima extraída de la naturaleza, evitando así la explotación innecesaria de los recursos naturales, al igual que la contaminación a fuentes hídricas, suelo y aire que estos residuos generan comprometiendo la salud humana. Por otro lado, aumentaría el espacio disponible para la disposición de otros residuos y se disminuirían los costos asociados a su disposición, inclusive sería una inversión a un nuevo producto que generaría utilidades.

Históricamente la disposición de algunos de los residuos industriales generados en altos volúmenes como lodos de ARI, polímeros y lignocelulósicos, se ha realizado de formas tradicionales como lo son los rellenos sanitarios. Pero en las últimas décadas se han encontrado alternativas de valorización donde estos residuos se han convertido en subproductos de alto interés comercial, su reutilización y elongación de su ciclo de vida, se ha convertido en su propuesta de valor; la celulosa y el poliestireno no pueden ser ajenos a este gran avance que se ha generado en el área de sostenibilidad.

Desde el punto de vista técnico, los materiales compuestos tienen como objetivo suplir ciertas propiedades que un material por sí solo no podría cumplir. Por tal razón se toma la decisión de reforzarlo con un polímero celulósico que genere una mejora en algunas de sus propiedades mecánicas, y que al mismo tiempo permita la reutilización de residuos industriales en la fabricación de elementos con materiales novedosos. La celulosa permite incrementar la rigidez y la resistencia de un plástico reciclado a un bajo costo (Martínez Urreaga et al., 2015).

En conclusión, la creación de este nuevo material compuesto traería beneficios tanto a la parte social como a la parte científica, técnica y económica, pues es un material prometedor con gran potencial industrial en diferentes áreas. Todo esto a partir de materia prima que no tiene valor alguno para los proyectos o empresas que lo emiten pues ya ha sido desechada.

1.2 OBJETIVOS DEL PROYECTO

1.2.1 Objetivo General

Desarrollar un material compuesto de partir de celulosa residual (CR) y poliestireno expandido residual (PS) como potencial valorización de dos residuos industriales.

1.2.2 Objetivos Específicos

- Preparar la CR y el PS por medio de secado y homogeneización para favorecer las condiciones de mezcla.
- Caracterizar la CR y el PS, mediante pruebas de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR), microscopía electrónica de barrido (SEM) y calorimetría diferencial de barrido (DSC) para establecer condiciones iniciales de cada material.
- Realizar extrusión de las mezclas definidas a partir de un diseño de experimentos para realizar la conformación de pellets.
- Caracterizar los pellets obtenidos con las mejores condiciones
- Inyectar los pellets para realizar análisis mecánicos del material compuesto como resistencia a la flexión, dureza y densidad.

1.3 MARCO DE REFERENCIA

1.3.1 Polímeros termoplásticos:

Son polímeros formados por largas cadenas de monómeros unidos mediante fuerzas moleculares o fuerzas de Van der Vals. Al ser expuestos a temperaturas elevadas, estos polímeros se deforman generando un flujo viscoso. Se comportan de forma plástica y dúctil. (Askeland, 1998) Este comportamiento frente al calor se debe a que la energía calórica hace que las macromoléculas se agiten térmicamente y se muevan a través de la masa del polímero (Groover, 1997).

1.3.2 Propiedades de los termoplásticos

Las propiedades de los polímeros termoplásticos pueden ajustarse a la necesidad que se requiera. Cuando se les aplica una fuerza externa, estos tienden a tener una deformación tanto plástica como elástica. La deformación elástica ocurre debido a que el material se ve expuesto a un esfuerzo que hace que los enlaces covalentes se estiren y se distorsionen causando un alargamiento elástico, pero cuando se le remueve el esfuerzo el material retorna a su posición original. Por otro lado, el comportamiento plástico de estos polímeros se genera debido a que se excede el esfuerzo de cedencia, esto sucede debido a que se le aplica una carga al material haciendo que las cadenas se giren, deslicen y estiren bajo la carga generando una deformación permanente. (Askeland, 1998).

El poliestireno expandido (EPS) se forma a partir del poliestireno sólido, al cual se le aplica un agente expansor conocido como gas pentano para aumentar su volumen generando un producto de baja densidad para diferentes aplicaciones como empaques para tecnología, cartones de huevos, platos, tazones, uso en sistemas de refrigeración, uso como material de construcción ya que recibe bien los impactos, es impermeable, aislante térmico y eléctrico (Aminudin, Din, Mohamad, Noor, & Iwao, 2011).

1.3.2 Celulosa residual proveniente de lodo paplero

Es el residuo sólido resultado de la fabricación de papel. El lodo primario se obtiene de una clarificación primaria por medio de sedimentación o flotación con aire disuelto. El lodo secundario se obtiene de un proceso generalmente biológico donde los microorganismos convierten el residuo en CO_2 y agua (Scott & Service, 1995). Este lodo paplero se clasifica como una fibra natural, la cual está compuesta por:

Celulosa: Generalmente las fibras naturales celulósicas contienen aproximadamente entre 60-70 % de celulosa, la cual está compuesta por hidrógeno, oxígeno y carbono. Su fórmula química es $\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5$. El largo de las diferentes cadenas de celulosa depende de su procedencia.

Hemicelulosa: Es la segunda familia de polímeros naturales más abundante. Está compuesta de entre 5 o 6 azúcares de anillos de carbono. Se compone de polisacáridos de menor peso molecular que la celulosa. La hemicelulosa tiene aplicaciones como agente gelificante, modificador de viscosidad, pegante, etc.

Lignina: La lignina junto con la hemicelulosa ayudan a formar la matriz de los materiales para formar las fibras de la celulosa. La estructura química es compleja, está formada por unidades de fenil propano organizadas en una estructura tridimensional. Se ha encontrado que la función de la lignina es recubrir y proteger la hemicelulosa y la celulosa del agua. (Thakur & Thakur, 2014)

1.3.3 Matriz polimérica:

Puede ser termoestable o termoplástico, el termoplástico tiene mayores ventajas debido a su capacidad de ser reciclado y su capacidad de ser moldeado. El factor que tiene más peso a la hora de formar una matriz polimérica para la formación de composites con fibra natural es la temperatura de tratamiento que debe estar por debajo de los 200°C para que la fibra natural no se degrade (Väisänen, Haapala, Lappalainen, & Tomppo, 2016).

1.3.4 Materiales compuestos a partir de polímeros:

Es una fusión entre un plástico virgen con aditivos para la creación de un nuevo material reforzado con mejores propiedades mecánicas. Cuando los refuerzos vienen de fuentes naturales como la fibra de celulosa estos materiales compuestos se conocen como biocompuestos. Si el polímero es bien seleccionado, sus propiedades después de esta

fusión pueden resultar siendo aún mejor que las que podría tener el polímero virgen. (Martínez Urreaga et al., 2015)

1.3.5 Legislación para disposición de lodos:

Tanto a nivel nacional como internacional se encuentran diferentes leyes en las cuales se enmarcan los dos provenientes de plantas de tratamiento de aguas residuales industriales. Aunque en muchos casos no son específicos, dan un panorama de cómo debe ser su tratamiento y disposición.

1.3.6.1 Internacional:

- **Estados Unidos - EPA (Environmental Protection Agency)**
- **Norma 40 CFR parte 503 (Estándares para el uso o disposición de lodos residuales)**

Aunque esta norma trata el tema de lodos provenientes de aguas residuales, en la sección 503.6 se especifica que no se incluyen lodos de tipo industrial, o aquellos provenientes de mezcla de aguas domésticas con industriales. (U.S Environmental Protection Agency (EPA), 1970)

- **Norma 40 CFR parte 257 (Criterio para la clasificación de tipos de disposición para residuos sólidos, instalaciones y manejo).**

Dentro de esta parte se encuentran algunas definiciones necesarias para conceptualizar el proceso, disposición y tratamiento de los lodos como son:

Disposición: descarga, depósito, inyección, bombeo, vertimiento, derrame o colocación de cualquier residuo sólido o peligroso en cualquier suelo o agua de manera que entre al ambiente, sea emitido al aire o descargado en aguas superficiales y subterráneas.

Relleno: Área de suelo o excavación donde se llevan los residuos sólidos para una disposición permanente.

Lixiviado: Líquido que ha pasado o ha surgido de residuos sólidos y contiene materiales solubles, suspendidos o miscibles.

Lodo: Residuo sólido, semisólido o líquido generado por una planta de tratamiento de aguas municipal, comercial, industrial, planta de potabilización para suministro o estaciones de control de contaminación de aire u otros contaminantes.

Residuo Sólido: Cualquier basura, desperdicio, o lodo proveniente de una planta de tratamiento de aguas o de estaciones de control de la contaminación del aire y otros materiales descartados, incluyendo sólidos, líquidos, semisólidos o gases contenidos, provenientes de operaciones industriales, comerciales, mineras, agrícolas y actividades comunitarias. No incluye materiales sólidos o disueltos en residuos domésticos.

Residuo Sólido Industrial: "...es el residuo sólido generado por la manufactura o el proceso industrial y que no es un residuo sólido regulado por el subtítulo C de RCRA. Como residuos sólido puede incluirse, aunque no está limitado, residuos producidos por los siguientes procesos de manufactura: Generación de energía eléctrica, agroquímicos, comida y productos/ subproductos relacionados, químicos inorgánicos; elaboración de productos de hierro y acero; productos de cuero, elaboración o fundición de productos de metales no ferrosos, químicos orgánicos; elaboración de plásticos y resinas, industria de pulpa y papel; productos de caucho y de plásticos, piedra, vidrio, arcilla y productos de concreto; manufactura de textiles; equipos de transporte y tratamiento de aguas. Este término no incluye residuos de minería o residuos gaseosos. (U.S. Environmental Protection Agency (EPA), 1970)

- **Agencia Ambiental Europea (EEA- Environmental European Agency)**
- **Directiva 91/156/CEE por la que se modifica la Directiva 75/442/CEE, Relativa a los residuos.**

Por medio de esta directiva se definen algunos conceptos para hacer más fácil la disposición de residuos utilizando una terminología común, se establecen los lineamientos para el manejo y la disposición de los residuos sólidos, se dan condiciones para la valorización y reutilización responsable de los residuos, todo encaminado al cuidado y la protección del medio ambiente por medio de la implementación de tecnologías limpias y del favorecimiento de productos reciclables y reutilizables. (European court reports, 1999)

- **Directiva 31/1999/CE Vertido de residuos solidos**

Esta directiva tiene como objetivo establecer medidas, procedimientos y orientaciones para prevenir o reducir, las afectaciones al ambiente que genera el vertimiento de residuos, es especial la contaminación de aire, suelo, aguas superficiales y subterráneas, al igual que cualquier riesgo que pueda tener afectaciones en la salud humana durante el ciclo de vida del vertedero (Council Directive 1999/31/EC of 26 April 1999 on the landfill of waste , 1999). El título del documento es:

"Anexo: Lista de residuos de conformidad con la letra a) del artículo 1 de la directiva 75/442/CEE sobre residuos y con el apartado 4 del artículo 1 de la Directiva 91/689/CEE sobre residuos peligrosos".

En esta lista se encuentra la clasificación según la peligrosidad de los residuos, donde los lodos de fibra y papel (código 03 03 06) están clasificados como residuos no peligrosos (Diario Oficial n° L 226 de 06/09/2000 p. 0003 - 0024, 2000).

1.3.6.2 Nacional: Colombia

La legislación colombiana carece de una legislación concreta y unificada que indique las medidas y procedimientos para la valorización o disposición de lodos residuales de plantas de tratamiento de aguas de tipo industrial. A pesar de esto el Decreto número 1287 del 2014 del ministerio de vivienda, ciudad y territorio, establece criterios para el uso de biosólidos. Contiene las condiciones de almacenamiento, las obligaciones de los productores de los biosólidos, la disposición final, los valores máximos permisibles para su categorización y las condiciones de mezcla con otros materiales. Según esta ley, los biosólidos podrán ser almacenados por un periodo máximo de seis meses, en condiciones de control de gases, lixiviados y proliferación de vectores. Para mezclar los biosólidos con algún otro material de complemento, ambos materiales deben ser caracterizados.

En cuanto a la disposición final de los residuos el Decreto 1713 de 2002 contiene las directrices de su manejo en el capítulo Capítulo IV: Transporte y en el Capítulo VIII: Disposición final. El reglamento técnico de potabilización de aguas y saneamiento básico RAS 2000 brinda información acerca de la disposición final de los residuos sólidos, especificando las condiciones de diseño de los rellenos sanitarios, su operación y monitoreo.

El decreto 2309 de 1986 emitido por el ministerio de salud, clasifica los lodos como residuo especial. Tiene como objetivo establecer las normas y regulaciones para el manejo, almacenamiento, uso, disposición y transporte de los residuos con características especiales. Señala también la responsabilidad que tienen los generadores y los contratistas de cualquier tipo de contaminación generada por estos residuos y las implicaciones que se pueden generar a la salud humana o al medio ambiente.

Es importante resaltar la ley 2811 de 1974 por medio de la cual se dictamina que en el manejo de residuos se deben utilizar los mejores métodos existentes desarrollados por la ciencia y las mejores tecnologías, al igual que desarrollar nuevos métodos para la recolección, tratamiento, procesamiento o disposición final de los residuos.

1.4 ANTECEDENTES

Los materiales compuestos se han venido estudiando desde hace algún tiempo con el fin de mejorar las características de cada material. En específico, los materiales poliméricos compuestos se han venido desarrollando desde los años 40 para aplicaciones militares y aeroespaciales (Asociación española de materiales compuestos, 2003). Ahora con el problema de los residuos sólidos que generan los plásticos se han tomado alternativas para la reutilización de estos residuos como potencial de valorización para aumentar o mejorar diferentes características mecánicas.

Se ha encontrado que el poliestireno junto con la arcilla de madera puede mejorar las propiedades mecánicas del material aumentando sus propiedades mecánicas pero disminuyendo su densidad, lo que le da un gran potencial de utilización en la industria

automotriz (Poletto, Dettenborn, Zeni, & Zattera, 2011a). Además, se ha encontrado también que la mezcla entre caucho natural y espuma de poliestireno dando como resultado la mejora de la resistencia mecánica del polímero debido a la reacción química con la celulosa. Gracias a esto se concluye que este composite de polímero podría tener aplicaciones como madera artificial, hueso artificial, ollas y marcos para imágenes (Riyajan, Intharit, & Tangboriboonrat, 2012).

Se ha probado también el polipropileno junto con 60% de fibra de celulosa y anhídrido maleico como aditivo, con esta mezcla se realizó la extrusión, se añadió el plástico mezclado con el lubricante por el alimentador 1 y por el alimentador 2 se añadió la celulosa, una vez agregados se pasaron por diferentes rampas de temperatura. Las temperaturas se pueden llevar entre 175 y 190°C con una velocidad de 100 rpm y la presión de derretimiento entre 4 y 27 bar dependiendo del material de aglomeración. Una vez salen los hilos de material de la extrusora, se pasaron por una cortadora formando pellets. Finalmente se encontró que aumentó la rigidez del material resultante pero se redujo la tenacidad (Bengtsson, Baillif, & Oksman, 2007).

Así como éstas, existen mezclas de poliestireno de alta densidad con lodo papelerero, celulosa con hidrogel, residuos de plásticos de agricultura con celulosa (Martínez Urreaga et al., 2015), polietileno de baja densidad y celulosa residual, entre otras mezclas que han terminado por mejorar una o varias características físicas o químicas del material original.

Para evaluar las características del material resultante se hace un análisis de microscopía SEM para evaluar la morfología del material, evaluando las fibras de este y analizando que tan bien adheridos y fusionados quedaron los dos materiales. Además, se realiza un análisis para caracterizar la mezcla con espectrometría infrarroja con transformada de Fourier (FTIR). Para analizar las transiciones térmicas se utiliza la calorimetría diferencial de barrido. Las pruebas reológicas se llevan a cabo por medio de una compresión, las propiedades de tracción generalmente se determinan con una maquina universal de ensayo siguiendo la ISO R527 estándar. Las superficies fracturadas que se generan después del ensayo de tracción se evalúan con (SEM). La prueba de resistencia al impacto se realiza con un ensayo de impacto como lo puede ser el Izod / Charpyde acuerdo a la norma ISO 179 (Martínez Urreaga et al., 2015).

Autor y año	Título	Materiales trabajados	Pruebas realizadas	Resultados
(Bengtsson et al., 2007)	Extrusion and mechanical properties of highly filled cellulose fibre-polypropylene composites	Polipropileno, fibra de celulosa y anhídrido maleico (MAPP) como agente acoplante	Flexión, resistencia al impacto, SEM.	El MAPP mejoró la adhesión interfacial, aumentó la rigidez y la resistencia del material compuesto
(Poletto et al., 2011a)	Characterization of composites based on expanded polystyrene wastes and wood flour	Poliestireno expandido residual, harina de madera y poli (estireno-anhídrido co-maleico), SMA, como agente de acoplamiento	Flexión, resistencia al impacto (cada prueba fue realizada al menos 5 veces), densidad, SEM,	Las propiedades mecánicas con SMA fueron mayores que sin el, aumentó la unión interfacial de los compuestos. La densidad compuesta aumentó linealmente con el aumento de harina de madera
(Riyajan et al., 2012)	Physical properties of polymer composite: Natural rubber glove waste/polystyrene foam waste/cellulose	Goma natural, espuma de poliestireno, celulosa, anhídrido maleico	SEM, contenido de gel, resistencia mecánica, resistencia a la tracción, Resistencia al tolueno, resistencia al impacto y dureza	La mayor resistencia a la tracción se dio con 30/70 NRG / PSF mezclado con 10% MA y 12% de celulosa. Posibles usos en madera artificial, hueso artificial, ollas y marcos.
(Pasquini, Teixeira, Curvelo, Belgacem, & Dufresne, 2008)	Surface esterification of cellulose fibres: Processing and characterisation of low-density polyethylene/cellulose fibres composites	Polietileno de baja densidad, fibras de celulosa, metanol/ agua como co-solvente	Espectrometría fotoeléctrica de rayos X, resistencia a la tracción, SEM, DSC, dynamic mechanical analysis(DMA), absorción del agua.	La modificación de la fibra de celulosa ayudó a la adhesión superficial de la matriz y mejoró la resistencia al agua, pero las propiedades mecánicas no mejoraron
(Martínez Urreaga et al., 2015)	Sustainable eco-composites obtained from agricultural and urban waste plastic blends and residual cellulose fibers	Polietileno de alta densidad residual, plástico de agricultura reciclado, fibras de celulosa residual y anhídrido maléico modificado polietileno (MAPE) como agente de acoplamiento.	FTIR, espectroscopía con UV, resistencia a la tracción, fuerza de impacto Charpy unnotched, pruebas reológicas.	Los composites mostraron buenas propiedades incluso sin MAPE. La celulosa aumenta la resistencia a la tracción, el módulo de elasticidad y la resistencia de los materiales, pero disminuye la resistencia al impacto, el alargamiento máximo y la MFI. El MAPE mejora Resistencia a la tracción, elongación y MFI.
(González-Sánchez et al., 2014)	Use of residual agricultural plastics and cellulose fibers for obtaining sustainable eco-composites prevents waste generation	Fibra de celulosa residual (RCF), tres películas plásticas de la agricultura (RAPf) y anhídrido maleico modificado polietileno copolímero como aditivo	SEM, pruebas de flexión, densidad, FTIR, espectro UV, pruebas reológicas, térmicas y mecánicas (cristalinidad, tiempo de inducción de oxidación)	Incluso sin MAPE, la resistencia a la tracción de los compuestos aumento hasta 70%. El MAPE mejora la adherencia interfacial pero también causa una reducción de longitud de fibra y un efecto plastificante

2. METODOLOGÍA

2.1 PREPARACIÓN DE LOS MATERIALES

2.1.1 Preparación de la celulosa residual

La celulosa residual fue secada en horno a 60°C durante 24 horas bajo la norma TAPPI 257 tal y como se muestra en la ilustración 1, (laboratorios Universidad EIA).



Ilustración 1. Lodo de papel en horno

Una vez secado el lodo, se procedió a realizar la reducción de tamaño por medio de un molino de cuchillas (ver ilustración 2). Seguido a esto, el resultado del molido se tamizó por la malla # 30 a 0,6 mm para garantizar un tamaño uniforme (laboratorios Universidad EIA).



Ilustración 2. Lodo molido y tamizado

2.1.2 Preparación del poliestireno residual

- **Picado:**

Se tomó el poliestireno expandido residual y se redujo en tamaño con el fin de facilitar el proceso de despentanado, tal y como se muestra en la ilustración 3, (laboratorios Universidad EIA).



Ilustración 3. PS picado

- **Despentanado**

Una vez reducido el tamaño, se introdujo el material en la autoclave (ver ilustración 4), con el fin de eliminar el pentano del poliestireno (laboratorios Universidad EIA); Para este proceso se sometió el poliestireno a elevadas temperaturas y presiones bajo el siguiente esquema: Una vez el material se encuentra dentro del autoclave, se cierra ajustando las llaves en pares. Para iniciar el proceso se permite el incremento de la presión hasta 5 PSI a una temperatura de 121°C que se mantiene constante durante el despentanado; en este punto se abre la válvula de escape de gas, hasta llegar a 0 PSI, momento en el cual se cierra la válvula, permitiendo subir la presión hasta 15 PSI abriendo de nuevo la válvula hasta 5 PSI, pasando hasta el último proceso de presurización a 20 PSI por 15 minutos donde finalmente se abre la válvula de escape de gas y se apaga la resistencia. El material se retira cuando la temperatura del sistema alcanza aproximadamente 40°C (**Información suministrada por Comercipol SAS**).



Ilustración 4. Autoclave

- **Molido y tamizado**

Después de despentanado, el PS se llevó a una reducción de tamaño por medio de un molino de cuchillas, que se presenta en la ilustración 5 (laboratorios Universidad EIA), para garantizar un menor tamaño y uniformidad que pueda pasar por la pulverizadora para reducir aún más su tamaño facilitando la extrusión (ver ilustración 6).



Ilustración 5. Molino de cuchillas



Ilustración 6. PS despentanado y molido

- **Pulverizado del PS**

Para llevar al mínimo tamaño la partícula del PS, se llevó a una pulverizadora marca Bimek de discos (ver ilustración 7), a una velocidad de 3500 rpm, con enfriamiento continuo de agua, por medio de un chiller marca colfríos (temperatura mínima de 8°C). El resultado se tamizó por la malla # 10, asegurando así una uniformidad del material. Este proceso se realiza con el fin de que exista una mayor área superficial que alcance a entrar en contacto con el plastificante, permitiendo así una mejor mezcla entre los materiales.



Ilustración 7 pulverizadora

2.2 CARACTERIZACIÓN DE LOS MATERIALES

Se realizaron pruebas de Espectroscopía Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR) y SEM para analizar la composición morfológica y física del material. Este análisis se llevó a cabo en un microscopio electrónico de barrido y equipo de infrarrojo con transformada de Fourier para establecer la morfología y BET para definir la densidad del poliestireno y la celulosa residual (laboratorios Universidad EIA).

2.3 PREPARACIÓN DE MEZCLAS Y PELLETS

2.3.1 Diseño de experimento

Para realizar las pruebas se diseñó un experimento multifactorial categórico el cual permitió estudiar el efecto de varios factores sobre varias variables de respuesta. En el caso de la tracción, los factores son de tipo cuantitativo y fueron A contenido de celulosa residual dentro del material compuesto y B velocidad de inyección durante la fabricación de las probetas.

El efecto de un factor se definió como el cambio observado en la variable de respuesta y los efectos principales representan cambios en la media de la variable de respuesta que se deben a la acción individual de cada factor.

El arreglo matricial para el análisis multifactorial se muestra en la tabla 1. La información que se recogió, se analizó por medio de comparaciones de medias que permitieron definir cuales compuestos presentaron mejores respuestas dentro del experimento.

Para el análisis de densidad y dureza se realizó un estudio unifactorial categórico, donde el factor que influye sobre estas variables de respuesta es el contenido de celulosa residual.

El análisis de varianza ANOVA permite identificar la procedencia del factor que genera cambios en las variables de respuesta, si un factor experimental no genera un cambio significativo en la respuesta de la variable no se considera relevante en el experimento.

Tabla 1. Matriz para el análisis estadístico

	B: Velocidad de la prueba de tracción		
A: contenido de CR	10 mm/min	20 mm/min	50 mm/min
0%			
5%			
11%			
16%			

	B: Velocidad de la prueba de tracción		
A: contenido de CR	10 mm/min	20 mm/min	50 mm/min
21%			
24%			
32%			

2.3.2 Elaboración de la mezcla

Para encontrar el material más favorable, se realizaron diferentes ensayos, cada uno con un porcentaje de mezcla diferente. Las mezclas varían de 5 a 32% de contenido de celulosa residual.

Tabla 2. Proporciones de mezcla

MUESTRA	% CELULOSA RESIDUAL	% POLIESTIRENO
M1	0	47
M2	5	42
M3	11	37
M4	16	31
M5	21	26
M6	24	24
M7	32	16

Para realizar las mezclas se utilizó estireno butadieno estireno (SBS) con aceite cristal (AC) como co-polímero y plastificante. Para lograr una homogenización en la mezcla, por cada 100g de SBS, se agregan 50g de aceite cristal en la maquina mezcladora (ver ilustración 8) por 10 minutos a 580 RPM (mezcla suministrada por Comercipol SAS), seguido a esto se mezcló el SBS-AC y el lodo de papel por dos minutos a 136 RPM, finalizado este proceso, se adicionó el poliestireno pulverizado por dos minutos, a 136 RPM.

Las proporciones de las mezclas se distribuyeron a partir de un peso total por compuesto de 190 g, de los cuales 90 g corresponden a la mezcla (CR-PS) y 100g de SBS-AC.



Ilustración 8. Maquina mezcladora

2.3.3 Extrusión y peletizado de las mezclas

Se tomó cada una de las mezclas de PS con CR y SBS y fue vertida en la tolva de la extrusora. Para comprender el comportamiento del material y elegir las mejores temperaturas de extrusión, se varió en un rango de 100°C a 220°C, hasta que finalmente se obtuvo que el material trabaja mejor en las rampas 140-150-160-170°C como se puede evidenciar en la ilustración 9. Con una velocidad de inyección de 30,1 RPM.

Las muestras fueron extruidas por cuatro orificios de radio 39,19mm en forma de filamentos, se pasaron por una piscina de enfriamiento con agua a 19°C (laboratorios Universidad EIA).



Ilustración 9. Parámetros de extrusión

Después de pasar por la piscina de enfriamiento, se pasaron los filamentos del material por la peletizadora (ver ilustración 10) de cuchillas a una velocidad de 20,1RPM. Los pellets obtenidos fueron tamizados por la malla # 4 asegurando un tamaño homogéneo del material (Laboratorios Universidad EIA).



Ilustración 10. Peletizadora

2.3.4 Inyección de los pellets

Se tomaron los pellets de cada una de las proporciones ensayadas y se inyectaron para fabricar muestras estándar para los ensayos de resistencia del material. La inyección se realizó en un equipo Hybtid EURO NJ como se muestra en la ilustración 11, a una presión de 75 toneladas de cierre y rampas de temperatura de 140 – 150 – 160 y 170°C (Industrias JBZ), con una velocidad del tornillo extrusor de 100 rpm, para producir las probetas que luego se ensayaron a tracción (Laboratorios UPB).



Ilustración 11. Inyectora

2.3.5 Pruebas mecánicas y físicas:

Para el ensayo de dureza se tomaron las probetas inyectadas y se probaron en un durómetro Bareiss 7938 Oberdischingen, Germany bajo la norma ISO R 868, como se muestra en la ilustración 12. La unidad de medida seleccionada para esta prueba fue Shore D. Se iniciaron las pruebas con la dureza Shore A, pero los resultados de todas las muestras fueron de 100 Shore A, el cuál es el valor máximo que puede adoptar esta dureza, haciendo que estos datos no fueran significativos; por este motivo se tomó la decisión de aumentar la escala de dureza a shore D, encontrando resultados acordes a la escala que éste trabaja. Para el ensayo de densidad se tomaron los pellets de cada mezcla y se llevaron un equipo METTLER TOLEDO, que se muestra en la ilustración 13 (Laboratorios UPB).



Ilustración 12. Durómetro



Ilustración 13. Prueba de densidad

3. PRESENTACIÓN Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

3.1 CARACTERIZACIÓN DE LOS MATERIALES

3.1.1 Lodo residual:

La prueba de Infrarrojo con Transformada de Fourier (FTIR) (Ilustración 14) y de microscopía electrónica de barrido (SEM) (Ilustración 15 y 16), para establecer la morfología y algunas variaciones a partir de las diferentes mezclas lodo/polímero y lodo/resina de sus muestras de referencia.

El espectro de absorción del lodo, permite caracterizarlo como un material con contenido de grupos carboxilos, cadenas cerradas de carbono sin dobles enlaces lo que posiblemente está asociado a moléculas de celulosa.

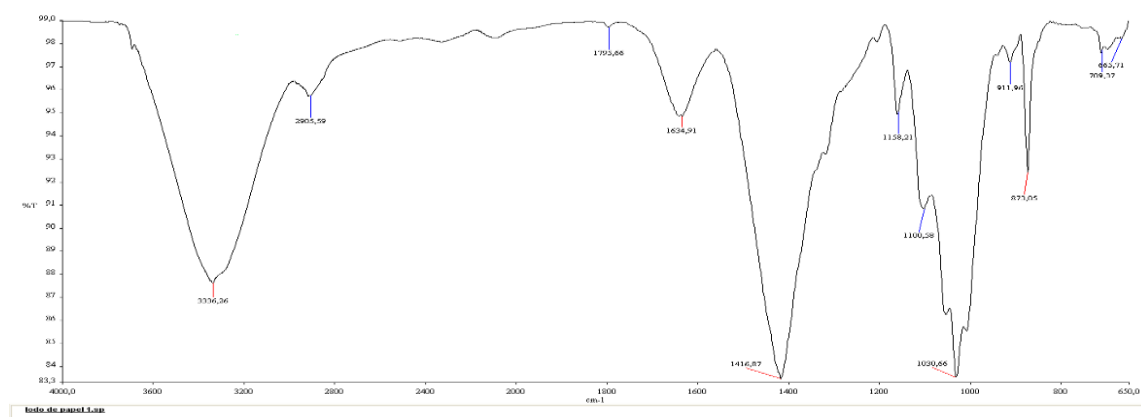


Ilustración 14. Espectro de Infrarrojo con Transformada de Fourier para el lodo de papel

La prueba de FTIR para el lodo presenta una vibración característica de grupo OH en el punto 3336,26 cm^{-1} , que se corrobora más adelante con un pico de absorción en 2905 cm^{-1} , ambos ubicados en la región del hidrógeno. Se presenta en esta región (4000 – 2700 cm^{-1}) enlaces simples del tipo alcano o alqueno. En la región de huella digital (1500 - 400 cm^{-1}), se presenta un pico en 1416,87 cm^{-1} con enlaces CH-OH, presencia del grupo etilo, n-propilo, ésteres y alcohol secundario en el pico 1159,21 cm^{-1} . Esta información se corrobora con el pico en 1030,66 cm^{-1} propio de alcohol primario y ésteres. Alrededor de 873,05 se presenta una vibración que indica concentración de etilo y n-propilo en la molécula.

En el análisis de SEM realizado al lodo, se aprecian espacios porosos propios de materiales celulósicos; en la ilustración 15 y 16. se aprecia la heterogeneidad de la muestra en cuanto a tamaño y forma, lo que es propio de un material residual, donde como se pudo establecer en los otros análisis (análisis elemental y FTIR), hay tanto fracciones de celulosa como hemicelulosa y múltiples sustancias y elementos como sílice y calcio, entre otros.

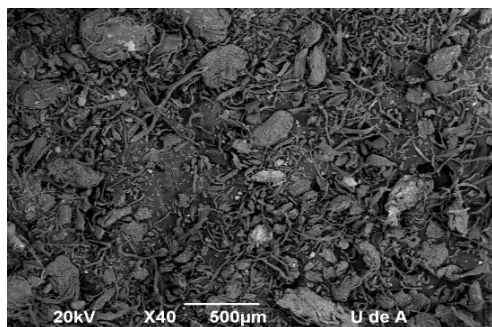


Ilustración 15. Microscopía electrónica de barrido del lodo de papel, a 500 μm

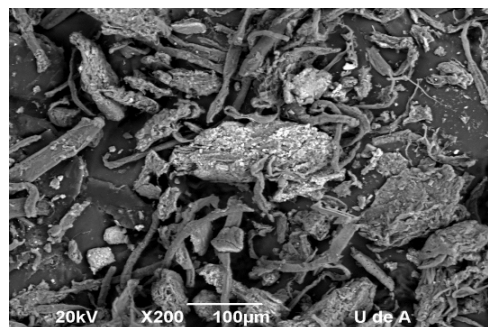


Ilustración 16. Acercamiento de la estructura superficial del lodo a 100 μm.

3.1.2 Poliestireno:

Se realizaron las pruebas de SEM y FTIR al poliestireno despentanoado, con el fin de conocer sus propiedades físicas en su estado residual y compararlo con el material compuesto resultante. En la ilustración 17 se pueden evidenciar los picos en los puntos donde las moléculas tienen mayor vibración. Se presenta el grupo alcano con enlaces $R-CH_2-R$, $-CH_2-(C=O)-(C=N)$, etilo, n- propilo y el grupo alqueno en el punto $2922,91\text{cm}^{-1}$. En la región $(1599,3 - 695\text{ cm}^{-1})$ en el punto $1599,3\text{ cm}^{-1}$ se encuentra el grupo amino CH_2-NH_2-R y compuestos aromáticos, en el pico $748,57\text{ cm}^{-1}$ hay presencia de ácidos carboxílicos y en el pico $645,53\text{ cm}^{-1}$ predominan los compuestos de azufre oxígeno y oscilación CH.

En la microscopía electrónica de barrido, la morfología del material se muestra irregular, debido a la extracción del gas pentano que deja las burbujas del PS vacías, a pesar de esto, se presenta como un material homogéneo sin incrustaciones o evidencias de algún otro polímero o impureza, tal y como lo muestra la ilustración 18.

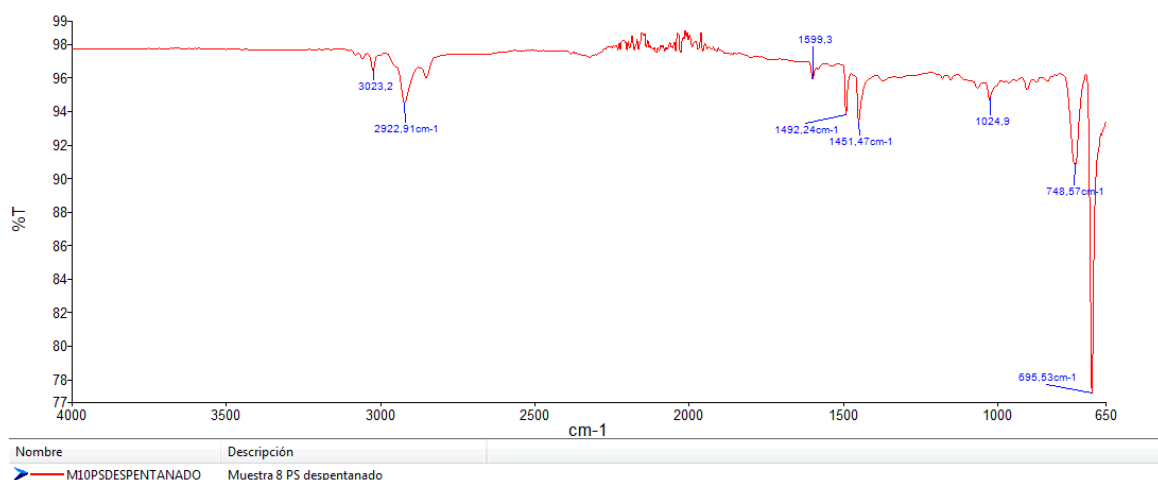


Ilustración 17. FTIR Poliestireno desphenado

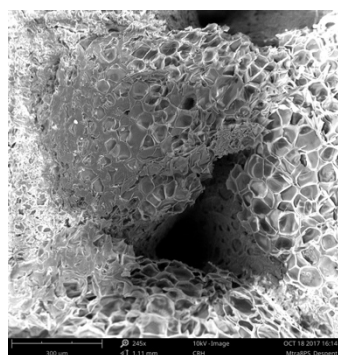


Ilustración 18. Microscopía Electrónica de Barrido del poliestireno desphenado

3.2 PREPARACIÓN DE LAS MEZCLAS

Las mezclas preparadas a partir de las diferentes proporciones de CR-PS se presentan en la figura 19. Cada una de las mezclas fue extruida y peletizada tal como se muestra en las ilustraciones 20 y 21; es preciso aclarar que se requirió de un co-polímero como matriz principal del compuesto, debido a que las primeras muestras que se formularon sin adición de estos, presentaron muy baja resistencia mecánica y cierta dificultad para su extrusión. El co-polímero empleado en las muestras es el Estireno-Butadieno-Estireno (SBS por sus siglas en ingles), este puede ser empleado como un elastómero termoplástico o como fue para este caso, como un componente de mezcla que mejora las propiedades mecánicas de la mezcla. Debido a su compatibilidad con el PS este material domina el mercado de los co-polímeros en plásticos desde su descubrimiento. Está compuesto por tres bloques; el

primero es una cadena de poliestireno, el segundo es una cadena de polibutadieno y el tercero es otra sección de poliestireno. Debido a la unión de estos tres bloques, este copolímero cuenta con dos temperaturas de transición vítrea (T_g) las cuales son características de los homopolímeros a los que corresponden; para el poliestireno es alrededor de 100°C y para el polibutadieno alrededor de -90°C . Estos bloques presentan un comportamiento no Newtoniano, una alta resistencia a la tracción y una alta y rápida elongación que se recupera casi completamente (Kennedy & Higginbotham, 2004).



Ilustración 19. Mezcla entre PS y CR

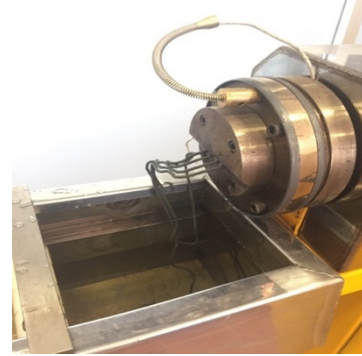


Ilustración 20. Extrusión de las mezclas



Ilustración 21. Pellets del material compuesto

Una vez obtenidos los pellets de diversos porcentajes de mezcla CR-PS, se inyectaron bajo los parámetros definidos en la metodología y se obtuvieron probetas estándar bajo la norma ASTM E8, las cuales fueron sometidas a pruebas mecánicas y físicas; en las Ilustraciones 22 y 23 se muestran las probetas fabricadas.



Ilustración 22. Probetas inyectadas



Ilustración 23. Probetas según el porcentaje de CR (1-0%; 2-5%; 3-11%, 4-16%; 5-21%; 6-24%; 7-32%)

3.3 PRUEBAS FÍSICAS Y MECANICAS DE LAS PROBETAS

Con el objetivo de conocer las propiedades de cada una de las 7 mezclas se realizaron pruebas de densidad, tracción, dureza, SEM, DSC y FTIR. No fue posible realizar la prueba de flexión debido al comportamiento y las características que presentó el material a la hora de la prueba, pero se reemplazó por la prueba de resistencia a la tracción, la cual se acomoda más y es más significativa para los polímeros que se están trabajando, entregando un resultado más significativo que ayuda a la caracterización y los análisis de las diferentes muestras. Estas pruebas ayudaran más adelante a definir con cuál de las 7 muestras trabajar.

3.3.1 Pruebas mecánicas:

Las pruebas mecánicas que se realizaron fueron resistencia a la tracción, dureza y densidad. Para la prueba de tracción se utilizaron 3 diferentes velocidades para analizar su comportamiento. En cuanto a las pruebas de dureza y densidad se tomaron dos réplicas de datos por cada muestra cómo se presenta en la Tabla 3.

Tabla 3. Resultado de las pruebas mecánicas

	Velocidad (mm/min)	M1	M2	M3	M4	M5	M6	M7
Carga máxima (N)	10	450	390	370	350	340	270	230
	20	390	410	480	340	320	230	190
	50	360	480	470	330	370	300	200
Carga de fractura (N)	10	440	330	430	340	340	220	130
	20	300	410	430	330	310	200	150
	50	340	440	330	320	450	270	170
Esfuerzo máximo (Mpa)	10	11,48	9,95	9,44	8,93	8,68	6,89	5,87
	20	9,95	10,46	12,25	8,68	8,17	5,87	4,85
	50	9,19	12,25	11,99	8,42	9,44	7,66	5,10
Esfuerzo de fractura (Mpa)	10	11,83	8,87	11,56	9,14	9,14	5,91	3,49
	20	8,06	11,02	11,56	8,87	8,33	5,38	4,03
	50	9,14	11,83	8,87	8,60	12,10	7,26	4,57
Dureza (Shore D)	-	57	56	59	47	49	46	38
	-	57	56	60	48	46	45	38
	-	58	56	60	49	45	44	37
Densidad (g/cm3)	-	0,99	0,76	0,77	0,99	1,01	1,05	0,90
	-	0,97	0,76	0,77	1,00	1,01	1,06	0,91
	-	0,97	0,76	0,77	1,00	1,10	1,06	0,90

Resistencia a la tracción

Para todos los porcentajes de mezcla se realizaron análisis que permitieron determinar las diferencias significativas para las propiedades evaluadas encontrando que las probetas que tuvieron un 11% de carga de celulosa residual mostraron las mayores resistencias a tracción, dureza y menor densidad lo que puede ser comparable con productos comerciales con propiedades similares

Los resultados de las pruebas realizadas se presentan en las tablas 14, tabla donde se puede evidenciar una mejor respuesta por la resistencia a la tracción utilizando un valor $p=0,05$ para identificar las diferencias estadísticamente significativas en la formulación de los compuestos.

Se encontró que la resistencia a la tracción se incrementó con el porcentaje de celulosa hasta el 11% a partir de la cual, las muestras presentaron un comportamiento inverso, lo cual concuerda con lo reportado por Bengtsson et al., 2007, quienes mostraron un incremento en la resistencia a la tracción con el aumento del contenido de fibras de celulosa en materiales compuestos con una matriz polimérica; un hallazgo importante por estos autores sugiere que la capacidad de refuerzo del compuesto desciende a medida que desciende la longitud promedio de las fibras y la dirección de las mismas con respecto a las líneas de extrusión, lo que podría explicar el hecho de que existe un límite máximo a partir del cual la carga de la celulosa no cumple su papel de refuerzo, en el compuesto que en nuestro caso se da a partir del 11 % (Hull & Clyne, 1996)

La muestras con un porcentaje mayor a 11% de celulosa residual presentaron menores resistencias a la tracción lo que podría explicarse por el comportamiento que reporta (Bengtsson et al., 2007) en el cual la ruptura de las fibras en el momento del pulpeo del cual proviene la celulosa residual genera una reducción en la longitud de la fibra lo que reduce la capacidad de refuerzo de las mismas, debido a que no se pueden direccionar las fibras en el momento de la extrusión. Esta falta de direccionamiento puede según el autor reducir a la mitad la resistencia mecánica que presentan los compuestos, así mismo las fibras son producidas para formar puentes fibra-fibra en el papel lo cual reduce la capacidad de dispersión en una matriz polimérica hidrofóbica; esto convierte la mezcla en una interfaz heterogénea disminuyendo la adhesión e impidiendo la transferencia de esfuerzo de la matriz polimérica a las fibras, reduciendo la resistencia mecánica del material a medida que aumenta el porcentaje de celulosa.

Tabla 4. Resistencia a la tracción a diferentes velocidades

A: Contenido de celulosa	B: Velocidad de prueba de tracción (mm/min)		
	10	20	50
0%	11,48	9,95	9,19
	12,10	9,93	9,30
	11,80	9,98	9,20
5%	9,83	10,46	12,25
	10,01	9,30	11,32
	9,95	11,13	14,15
11%	11,99	12,25	10,10
	12,04	12,02	10,57
	11,53	12,49	10,68
16%	8,93	8,72	8,59
	9,00	8,72	8,52
	8,78	8,68	8,42
21%	8,68	8,17	9,20
	8,55	8,22	9,48
	8,73	7,90	9,44
24%	6,58	5,87	6,63
	6,18	5,97	6,70
	6,38	6,00	6,73
32%	5,63	4,85	4,87
	5,87	4,80	5,30
	5,87	4,90	4,10

Según el análisis estadístico de medias (ANOVA), tanto el porcentaje de celulosa como la velocidad de la prueba de tracción presentan una diferencia estadísticamente significativa en un 95% de confianza, lo que quiere decir que ambas variables afectan la resistencia mecánica que presentan las probetas. A través de la prueba de Fisher (LSD), se encontró que cargar el compuesto con 21 y 24% de CR no genera una diferencia estadísticamente significativa en el resultado de la resistencia mecánica; sin embargo, la carga de 11% mostró los mayores resultados de resistencia tal como se muestra en la Ilustración 24. Los datos que permiten corroborar esta información se encuentran en las tablas 5 y 6. En cuanto a la velocidad del ensayo se encontró que los valores de 20 y 50 mm/min permiten obtener las mayores resistencias a la tracción en la mayoría de las probetas.

Tabla 5. Análisis de varianza para la resistencia a la tracción

	Fuente	Suma de cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	F	Valor-P
Principales Efectos	A: celulosa residual	304,223	6	50,7039	280,49	0,0000
	B: velocidad	2,19863	2	1,09932	6,08	0,0048
Interacciones	AB	31,4468	12	2,62057	14,50	0,0000
	TOTAL (CORRECTED)	345,461	62			

Es importante resaltar que los valores de la Resistencia a la tracción obtenidos en las probetas con 5 y 11% (muestra 2 y 3) de celulosa residual, superan los valores obtenidos por la muestra de comparación sin contenido de CR (muestra 1), este comportamiento se puede observar en la Ilustración 24.

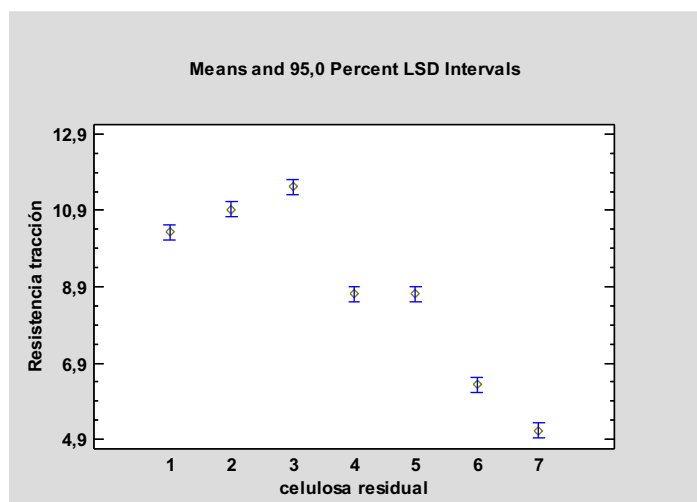


Ilustración 24. Comparación de medias de resistencia a la tracción con respecto a la CR.

Tabla 6. Grupos homogéneos para la resistencia a la tracción

celulosa residual	Número de corridas	Media LS	LS Sigma	Grupos homogéneos
7	9	5,13222	0,141723	X
6	9	6,33778	0,141723	X
4	9	8,70667	0,141723	X
5	9	8,70778	0,141723	X
1	9	10,3256	0,141723	X
2	9	10,9333	0,141723	X
3	9	11,5189	0,141723	X

La Media LS corresponde a la media de los valores obtenidos dentro de cada porcentaje de CR.

Las muestras con 32% de CR (M7) presentaron en todas las velocidades la menor resistencia; por otro lado, los compuestos con menores contenidos de CR son los que reportan resistencias superiores al blanco (M1), y a partir del 21% de CR de carga, la resistencia reduce considerablemente, tal como se aprecia en la Ilustración 25. En todos

los casos se observa que la velocidad 1 es la que genera una menor respuesta de resistencia a la tracción, excepto en la M1 que no tiene carga.

De igual forma en la ilustración 25. se observa que, a partir de la M4, que corresponde a un 16% de celulosa, la resistencia disminuye considerablemente en comparación con las primeras tres muestras.

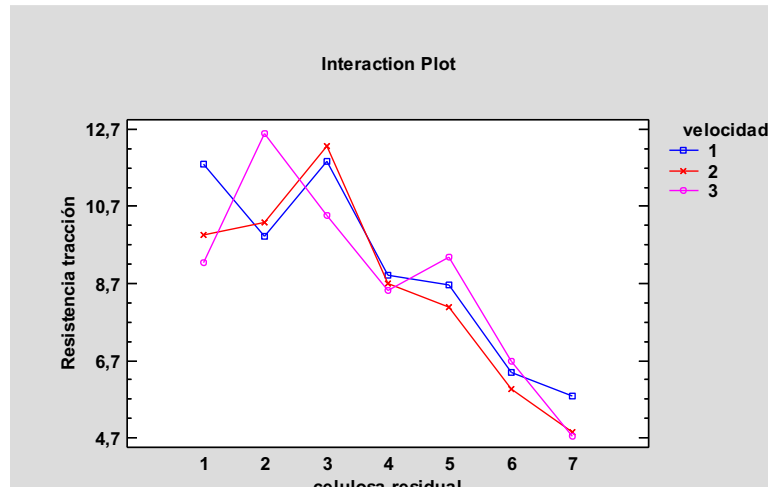


Ilustración 25. Resistencia a la tracción según velocidades de prueba y contenido de CR

Dureza

Este ensayo permitió determinar cuáles porcentajes de CR generaron un efecto positivo en el aumento de la dureza de las muestras con un 95% de confianza a partir de un análisis de varianza

Entre las 7 muestras evaluadas del compuesto CR-PS-SBS, La muestra con 11% de CR (M3) presentó los mayores valores de dureza tal como lo muestra la ilustración 26., mientras que la muestra con 32% de CR presentó los menores valores de dureza en todas las réplicas.

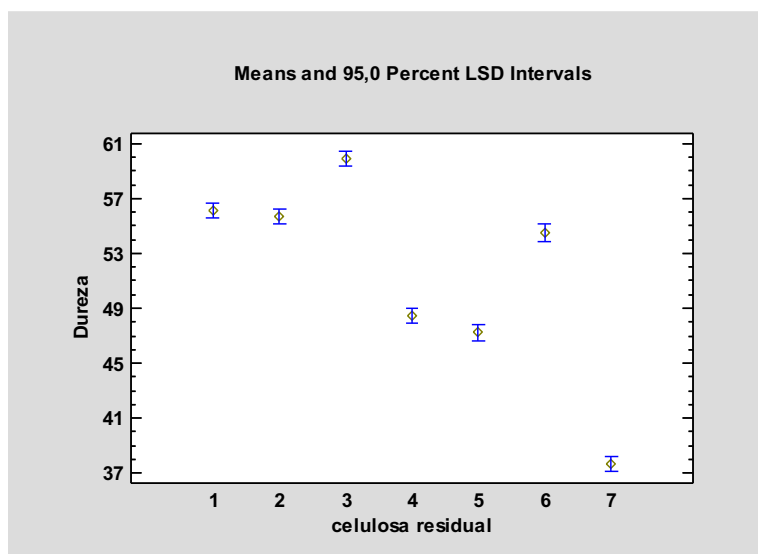


Ilustración 26. Dureza con respecto al % de CR

Al igual que el ensayo de tracción, la dureza cuenta también con una diferencia estadísticamente significativa entre sus muestras como se presenta en la tabla 7 donde el valor p es menor a 0,05.

Tabla 7. Análisis de varianza para la dureza

Fuente	Suma de cuadrados	Df	Cuadrado medio	F	Valor p
Entre grupos	1126,29	6	187,714	179,18	0,0000
Dentro de grupos	14,6667	14	1,04762		
Total (Corr.)	1140,95	20			

Al relacionar el % de CR con los resultados de dureza de cada muestra, no se encontraron diferencias estadísticamente representativas entre las réplicas de las muestras en cada mezcla; en cambio sí se halló diferencias entre los grupos, siendo la M3 la mezcla con el mayor valor de dureza, presentando una media de 60 Shore D y la M7 la de menor dureza con una media de 38 Shore D. los datos se muestran en la tabla 8 y la ilustración 27.

El fenómeno que se presenta en la dureza con respecto a al porcentaje de CR concuerda con los resultados de resistencia a la tracción, donde el mayor resultado se presenta con un contenido de 11% de CR, superando el resultado del blanco (M1). Este comportamiento se explicará con la morfología del material más adelante en el numeral 3.2.2.1 con el análisis SEM.

La M5 no tiene diferencias significativas con M4 y M6 como se presenta en la tabla 8, al igual que M1 y M2 donde es importante rescatar que M1 no tiene contenido de CR; con esto se puede dar a entender que M2 con un contenido de 5% de CR conserva la propiedad de dureza del polímero y con un 11% de contenido de carga se mejora esta y por encima de dicho valor la dureza disminuye.

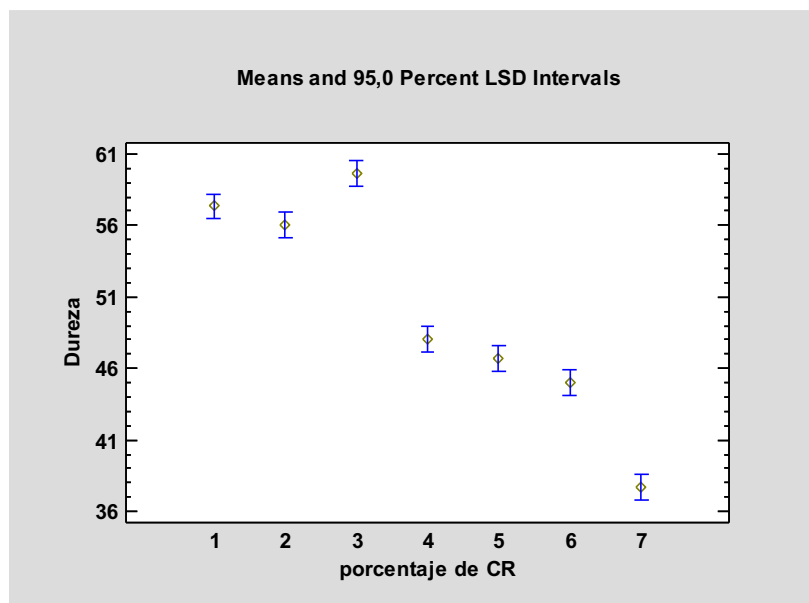


Ilustración 27. Dureza con respecto al contenido de CR

Tabla 8. Grupos homogéneos para la dureza

Nivel	Corridas	Media	Grupos homogéneos
7	3	37,6667	X
6	3	45,0	X
5	3	46,6667	XX
4	3	48,0	X
2	3	56,0	X
1	3	57,3333	X
3	3	59,6667	X

Densidad:

El análisis estadístico de la densidad con respecto al porcentaje de celulosa en las mezclas mostró que existe una diferencia estadísticamente significativa entre las muestras pues el valor p resultante es menor a 0,05 como se muestra en la tabla 9.

Tabla 9. ANOVA para la densidad por el % de CR

Fuente	Suma de cuadrados	Df	Cuadrado medio	F	Valor p
Entre grupos	0,268738	6	0,0447897	117,91	0,0000
Dentro del grupo	0,005318	14	0,000379857		
Total (Corr.)	0,274056	20			

Por medio del análisis LSD con un 95 % de confianza se verifica que efectivamente si existe una diferencia significativamente entre las medias de las muestras, pero no en todas; al compararse una a una entre ellas se encontró que los pares de M2-M3, M1-M4 y M5-M6 no tienen una diferencia estadísticamente significativa como se muestra en la tabla 10, pues sus valores se traslapan como se muestra en la Ilustración 28.

La muestra que tiene uno de los menores valores de densidad fue la M3 con 11% de contenido de CR y una media de $0,77 \text{ g/cm}^3$, mientras que la muestra con mayor densidad fue la muestra 6 con un 24% de contenido de CR, como se evidencia en la ilustración 28. Según las densidades de los materiales utilizados (SBS: 0.94, CR: 1.5 y PS reciclado, despentado y pulverizado: 1.05 g/cm^3), la M3 tendría una densidad teórica de 1.037 g/cm^3 , calculada según la regla de las mezclas, pero la densidad real se encuentra muy por debajo del valor teórico, la cual es de 0.77 g/cm^3 ; lo que indica que el despentado no fue el óptimo.

En general se puede ver en la ilustración 25 que existe una correlación lineal entre la densidad y el % de CR, lo que concuerda con lo presentado por (Poletto, Dettenborn, Zeni, & Zattera, 2011), quienes calcularon las densidades aparentes y encontraron que, aumentando el contenido de celulosa, proveniente del polvo de madera, el material compuesto polimérico aumentaba directamente su densidad. Aunque este comportamiento solo se ve hasta la M6 se puede suponer que la anomalía en el resultado de la M7 se podría deber a un mal despentado o a una mala extrusión de los materiales generando espacios vacíos en el compuesto.

Tabla 10. LSD con 95% de confianza para la densidad

Nivel	Corridas	Media	Grupos homogéneos
2	3	0,76	X
3	3	0,77	X
7	3	0,904	X
1	3	0,974333	X
4	3	0,996333	X
5	3	1,04033	X
6	3	1,056	X

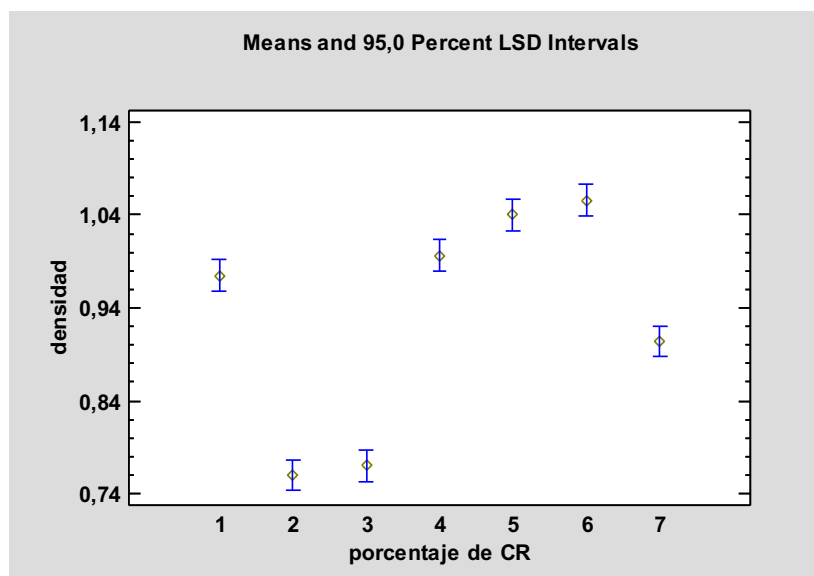


Ilustración 28. Densidad con respecto al % de CR

3.3.2 Pruebas físicas

3.2.2.1 SEM:

Se realizaron microscopías de las probetas inyectadas para observar cambios en la morfología del material, encontrando notorias diferencias en las mezclas, tal como se

observa en las figuras contenidas en la ilustración 29, las cuales se encuentran a diferentes escalas para apreciar los fragmentos característicos de cada muestra, enfocando los más significativos.

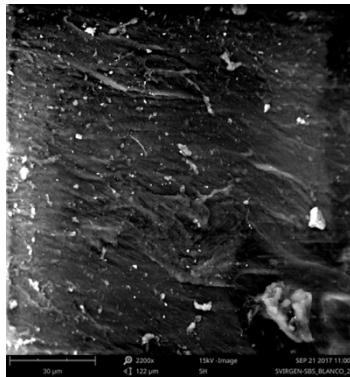
La microscopía electrónica de barrido se utilizó para analizar la morfología de las diferentes muestras y como se compone su matriz polimérica. La muestra número 3 compuesta por 11% de celulosa se caracteriza por tener una alta porosidad como se presenta en la sección e. y d. de la ilustración 29, en la cual se observan una gran cantidad de poros con un tamaño de aproximadamente 500 μ , sin embargo, esta muestra presenta una buena adherencia de la fibra de la celulosa con respecto a la matriz polimérica, lo que a pesar de su baja densidad le otorga una alta resistencia a la tracción, este comportamiento concuerda con lo reportado por (Pasquini et al., 2008) quienes encontraron una buena dispersión de la celulosa sin formación de agregados de fibra que le confiere al compuesto una buena adhesión interfacial debido probablemente al efecto del aditivo empleado.

La característica de masividad en la muestra 3 es completamente diferente a lo que se observa en las otras 5 muestras que presentan un mayor porcentaje de celulosa, donde a medida que aumenta el porcentaje de celulosa disminuye la continuidad de la superficie polimérica y se generan espacios de interfase entre las fibras y el polímero mucho mayores dejando espacios vacíos que pueden promover planos de falla, este comportamiento es similar al reportado por (Mulinari et al., 2009) quienes hallaron comportamientos similares de la fibra de celulosa en compuestos poliméricos, donde los planos de fractura de la matriz ocurren predominantemente en el límite entre la celulosa y el polímero debido a las diferentes características hidrofóbicas e hidrofílicas de ambos materiales(ver literal k y l) lo que puede generar menor resistencia a la tracción como lo representan las muestras 4, 5, 6 y 7.

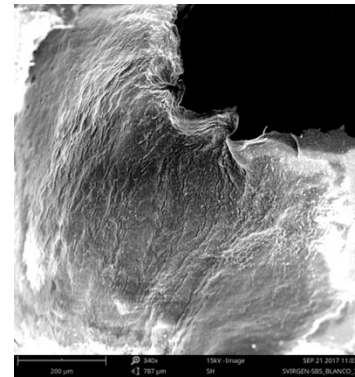
Existe un comportamiento común en todas las muestras falladas (ver literales k y l de la ilustración 29) concuerda con lo reportado por (Soucy, Koubaa, Migneault, & Riedl, 2014) quienes hallaron que, en las zonas de ruptura de los especímenes de compuestos, las fibras de celulosa se pueden observar totalmente separadas de la matriz polimérica sin evidenciar un rompimiento de la fibra debido a la tensión de ruptura, sin embargo, se presenta una superficie fibrosa entrelazada con la matriz polimérica.

Se pudo evidenciar que a medida que aumenta el porcentaje de celulosa aumenta también la densidad, puesto que la celulosa posee un mayor peso molecular que el polímero. Cabe resaltar que la muestra 3, a pesar de tener una menor densidad, presentó una resistencia superior a la encontrada en muestra 1 que no tiene contenido de celulosa, la cual se incluyó en el análisis como blanco.

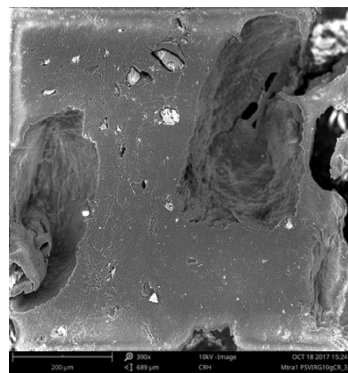
En todos los casos, las muestras tienen como aditivo el plastificante SBS incluyendo el blanco, sin embargo, se observó un mayor recubrimiento en las muestras con un contenido de celulosa menor a 16%, de este porcentaje en adelante se observó una matriz más heterogénea con una menor adhesión entre los materiales.



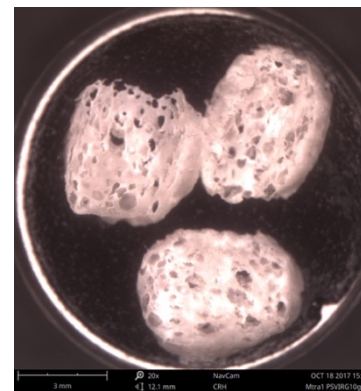
a. M1, 30 μ m



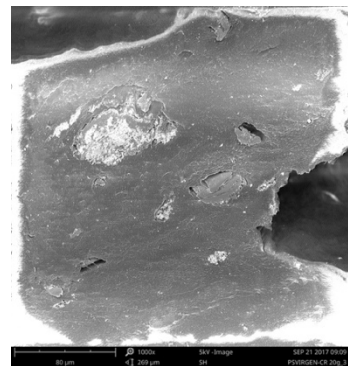
b. M1, 200 μ m



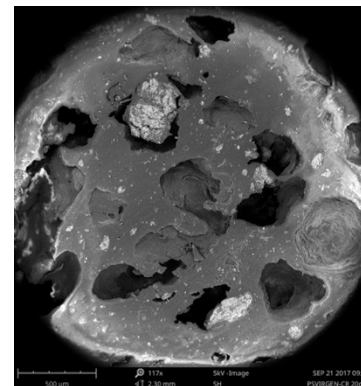
c. M2, 200 μ m



d. M2, 3mm



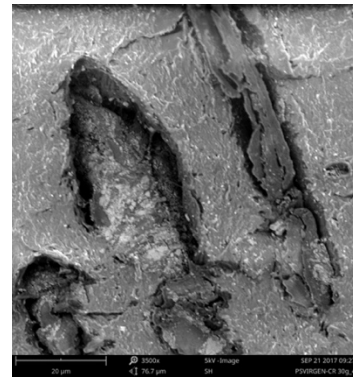
e. M3, 80 μ m



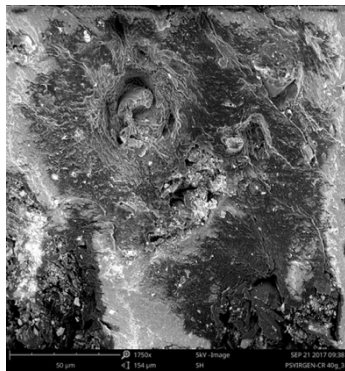
d. la M3, 500 μ m



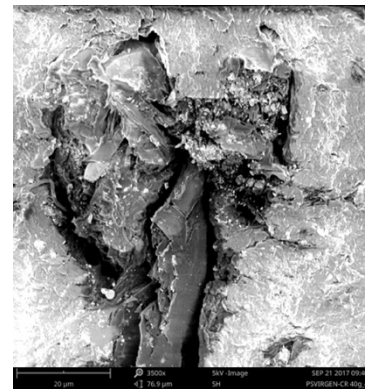
e. M4, 50µm



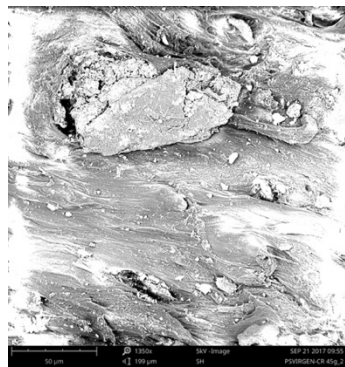
f. M4, 20 µm



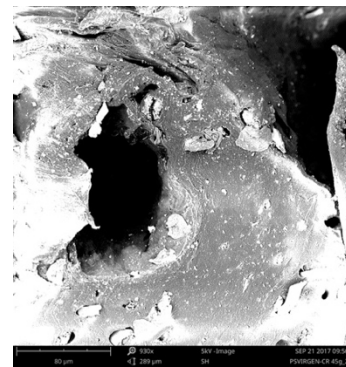
g. M5, 50 µm



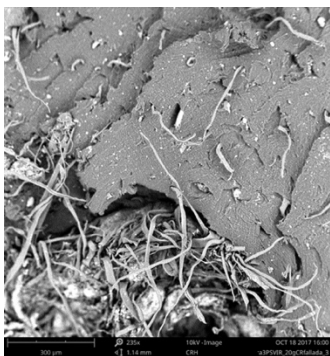
h. M5, 20 µm



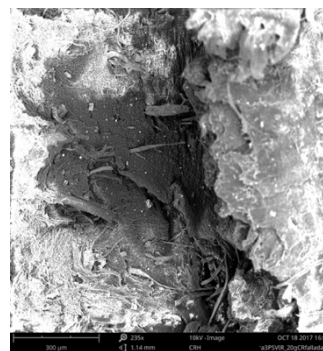
i. M6, 50 µm



j. M6, 80 µm



k. M3 fallada, 300 μ m



l. M3 fallada, 300 μ m

Ilustración 29 Microscopía Electrónica de Barrido de las diferentes muestras

3.2.2.2 FTIR:

Se realizó el análisis de infrarrojo de los pellets provenientes de las muestras realizadas con diferentes proporciones de mezcla donde se evidenciaron los diferentes grupos funcionales característicos de cada material, tal y como se evidencia en la tabla 11.

En el espectro de infrarrojo de la celulosa se observaron algunos picos característicos en la región del hidrogeno entre 3330 y 2905 los cuales no se registran en el material compuesto. En la región de los enlaces simples, alcano o alqueno ($4000-2700\text{ cm}^{-1}$), se presentan en las mezclas picos característicos de la matriz polimérica representados por vibraciones en 2921 y 2850 cm^{-1} en todas las mezclas características de molécula (). Se presenta en todas las muestras de las diferentes proporciones vibraciones en la región de la huella digital que conservan picos característicos de la matriz polimérica entre 1735 y 696 cm^{-1} , región en la cual no se observan los picos de la celulosa de grupos aromáticos (1416 cm^{-1}) y grupos alqueno, alcoholes, amidas y aminas característicos de la celulosa; este comportamiento podría ser explicado debido al bajo porcentaje de celulosa aplicada con respecto a la matriz polimérica.

El pico de 875 cm^{-1} característico únicamente de la celulosa corresponde a vibraciones de enlaces Carbono- Silicio, los cuales se presentan en todas las proporciones de mezcla, esta adición de silicio a la matriz polimérica aumenta la dureza del material compuesto como se puede evidenciar en el análisis de dureza. Donde se presenta que las muestras 1 y 2 tienen mayor dureza que el blanco. En conclusión, la celulosa residual no varía considerablemente las características de los grupos funcionales del polímero, pero si influye en las propiedades físicas del mismo.

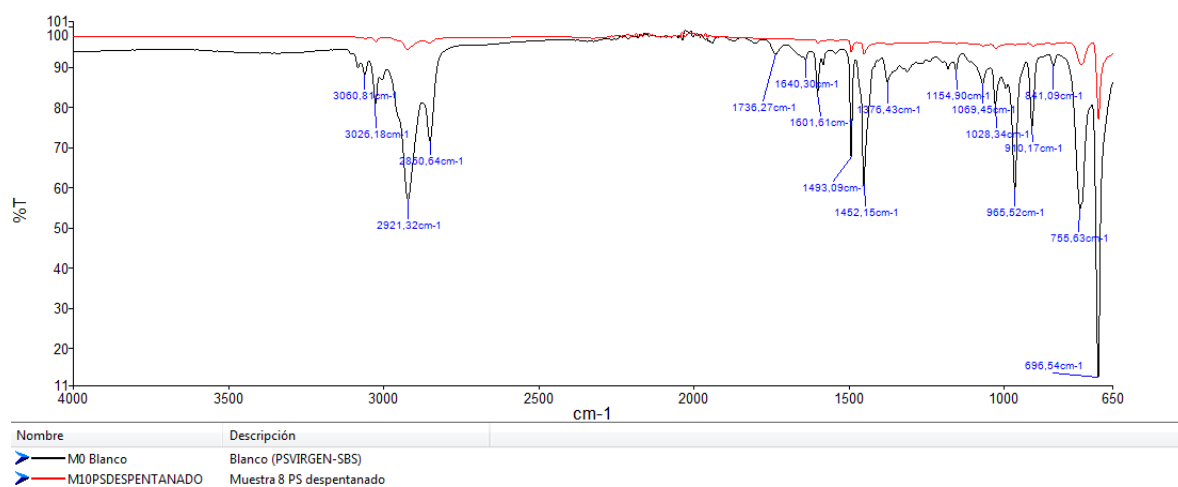


Ilustración 30. FTIR para el PS despentanado y el blanco (0% CR)

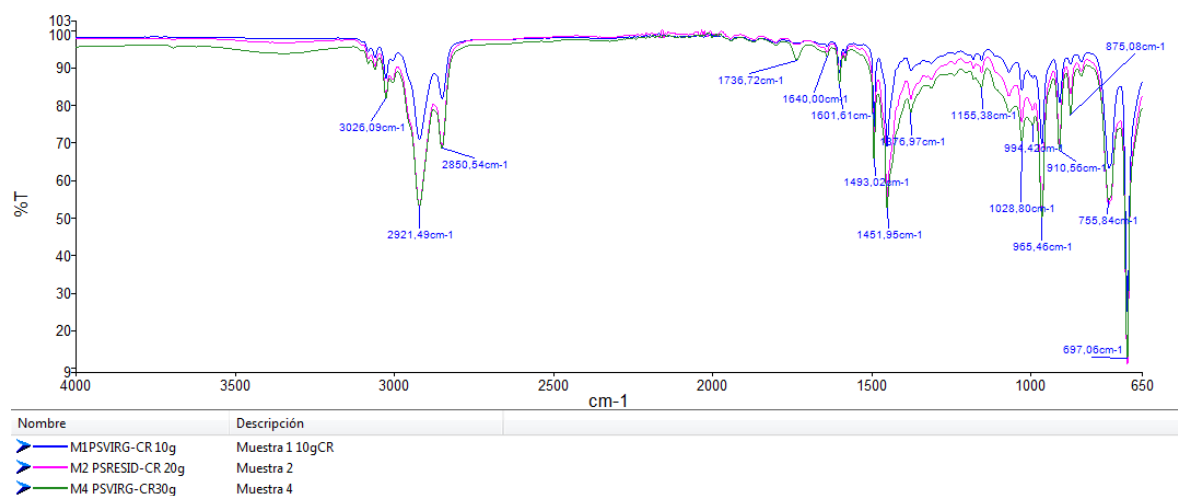


Ilustración 31. FTIR para las muestras 1 (5%CR) , 2 (11%CR) y 3 (16%CR)

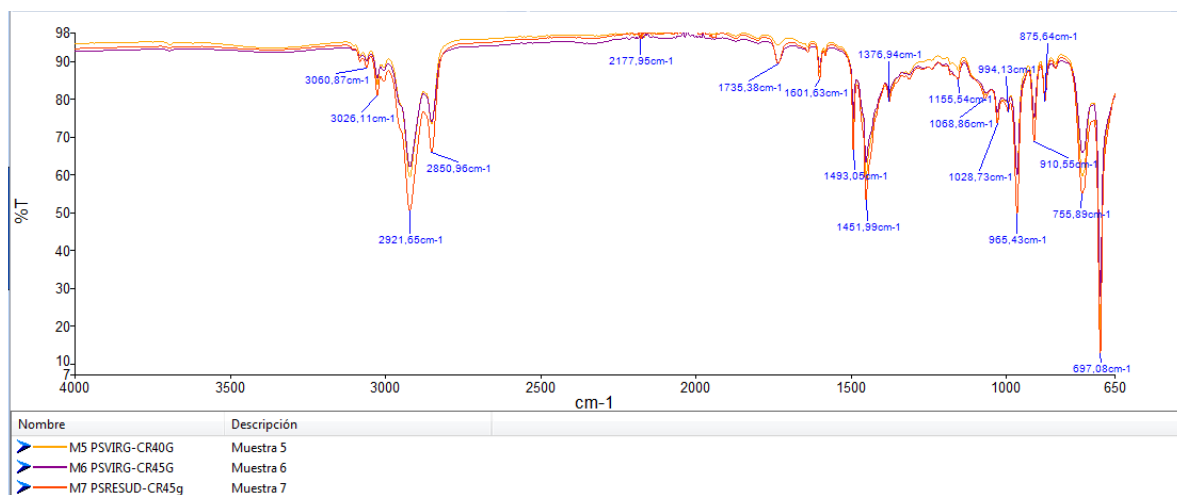






Ilustración 32. FTIR para las muestras 5 (21%CR), 6 (24%CR) y 7 (32%CR)

Tabla 11. Grupos funcionales según FTIR

Número de onda (cm-1)	Grupo funcional	
3060	Amidas	CO-NH2
	Alcanos y alquenos aromáticos	
	Grupos aromáticos	
2921	Amonio	NH4
	Grupos Alcanos	- CH2-, CH-(CH2)(C=N)
	Ácidos carboxílicos	
2850	Aldehídos	
	Alcanos	- CH2-, CH-(CH2)(C=N)
1736	Ácidos carboxílicos	
	Aldehídos	
	Cetonas	
1601	Compuestos aromáticos	

Número de onda (cm-1)	Grupo funcional	
	Carbonilo ionizado	
	Aminas	CH _n -NH _n
	Tensión OH, NH y CH	OH, NH y CH
1493	Compuestos aromáticos	
	Cloro	Cl ⁻
	Aminas	CH ₂ -NH
1452	Alcanos	CH ₃ , CH ₂ -C, CH ₂ -C=O
	Alcoholes	CH ₂ -OH
	Amidas	CO-NH-R
1154	Ísopropilo, aromáticos	
	Esteres alifáticos	CH ₂ ((CH ₂))
	Alcoholes	C-OH
	Ácidos carboxílicos	R-CO-O
	Aldehídos	R-CHO
	Cetonas	
	Anhídridos normales	R-CO
	Aminas	CO-NH-R
	Compuestos de Azufre-Oxígeno	SO
1069	Alcanos	CH-C
	Éteres	CHO
	Alcoholes	R-OH
	Aldehídos alifáticos	

Número de onda (cm-1)	Grupo funcional	
	Compuestos SO	
	Aminas	
	Cloruro de ácido	
1028	Grupos bencénicos	
	Cloruros	
	Fósforo oxígeno	RO-P-
	Carbonatos	CO
965	Alcanos	
	ácidos carboxílicos	CO-OH
	Aldehídos	R-CHO
	Fosfato covalente	CH2-O-P
755	Alcanos	
	Alquenos	CH=CH2
	Bencenos	
	Grupo amino	CH2-NH2
	Grupos sulfhidrilo	SH
	Cloro	CCl2 y CCl3
	Cloro alifático	C-Cl
696	Grupos C-C	C-C
	Grupos sulfhidrilo	CH2-S-CH2
	Aminas primarias	R-NH
	Grupos alifáticos C-Cl	C-Cl

3.2.2.3 DSC:

La técnica de calorimetría diferencial de barrido, permite medir la transición vítrea de los materiales como un incremento en la capacidad calorífica durante el calentamiento, donde se indica el paso de materia rígido a flexible. Este fenómeno es causado por un incremento en el movimiento molecular en el polímero.

La transición vítrea se muestra en polímeros amorfos o regiones de polímeros parcialmente cristalinos, cuando un estado de viscosidad o caucho pasa a un estado vítreo. Por debajo de la temperatura de transición vítrea (T_g) el polímero pierde sus propiedades de trabajo flexible. La T_g puede llegar a ser difícil de detectar en polímeros parcialmente cristalinos debido a que el incremento del movimiento molecular en las regiones amorfas se restringe por las zonas cristalinas.

En la tabla 12, se presentan los resultados obtenidos de la prueba de DSC para las diferentes muestras estudiadas, donde se observa un incremento parcial de la T_g a medida que aumenta el contenido de CR; sin embargo, este comportamiento no se presenta en los valores por encima del 20% donde se acerca nuevamente a la temperatura de la T_g original. Es importante resaltar que la variación promedio de la temperatura de T_g es de 3%, lo que nos da una baja variación de la temperatura de transición vítrea, tal como se puede evidenciar en los espectros de la Ilustración 33, donde se conserva el cambio de fase en los mismos rangos de temperatura para los mismos espectros de las muestras.

Tabla 12. Resultado T_g para las muestras

Muestra	C_p (J/g °C)	T_g (°C)
M1	0,026	88,290
M2	0,024	90,900
M3	0,028	91,300
M4	0,026	90,530
M5	0,035	91,200
M6	0,023	89,880
M7	0,022	86,960

Los espectros reportados por el DSC para cada una de las muestras se presentan en el Anexo 2.

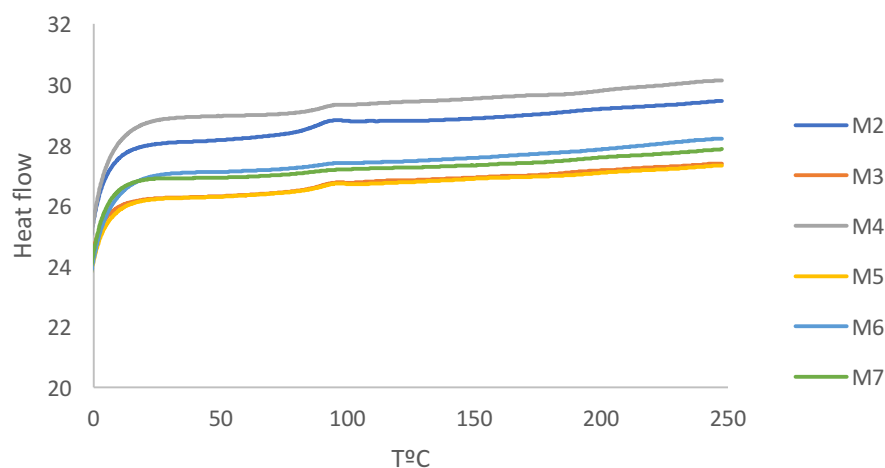


Ilustración 33. Curvas de DSC

3.4 PRUEBAS PRELIMINARES DE INYECCIÓN DE PRODUCTOS COMERCIALES

Con el fin de realizar una prueba preliminar, se realizó la inyección de productos comerciales que tuvieran aproximadamente la misma dureza que el material compuesto (60 Shore D), con carga de 11% de CR (100 g de SBS con 50 g de aceite cristal + 70 g de poliestireno reciclado, despentanado y pulverizado + 20 g de CR). Se llevaron los pellets a la inyectora (Industrias JBZ) para producir mangos para practisierra como se muestra en la ilustración 34 y llaveros con espacio para marcación como se muestra en la ilustración 35. Los mangos para practisierra no tuvieron los mejores resultados, posiblemente por falta de llenado (llevarlo a una temperatura superior) o el molde parcialmente frío, pero para los llaveros mejoraron las condiciones de llenado y se obtuvo un mejor resultado. Es importante considerar que este es el primer ensayo. Después de este estudio se pueden realizar más ensayos con diferentes productos; debido a su contenido de SBS algunos productos potenciales podrían ser neumáticos, espumas, empaques, suelas para zapatos (Juárez, Balart, Ferrándiz, & García, 2013) y según su dureza de 59 a 60 SHORE D las aplicaciones podrían ser cauchos para rodillos para impresión, llantas, entre otros (instruments, G, 2017).



Ilustración 34. Mangos para cuchillos con la mezcla de 11% de carga



Ilustración 35. Llaveros con la mezcla de 11% de carga

Aunque en los objetivos de este trabajo de grado no están contemplados los costos de la fabricación de una pieza realizada por cualquier proceso de transformación, como inyección, soplado, termoformado, se puede realizar una aproximación y se parte de la fabricación de piezas a escala de laboratorio con materia prima adquirida en kilogramos, aunque en la producción industrial se trabaja en toneladas.

Los costos se aproximaron teniendo en cuenta que los equipos utilizados son de laboratorio y no de uso industrial y las siguientes consideraciones:

- Kilogramo de SBS con plastificante: \$9000 + IVA = \$10710 (Comercipol SAS)
- Kilogramo de poliestireno expandido: \$0 (es necesario tener en cuenta la recolección del material; en este caso fue lo que se disponía en la Univeridad EIA). También se debe tener en cuenta la remoledora (costos de energía y operario), la despentanada (horas de energía) y pulverizadora (costos de energía y operario).

- Kilogramo de Celulosa residual: \$0 (Hay que tener en cuenta la secada: horas de horno y luego la pulverizada (costos de energía y operario).
- Para la mezcla se utiliza una mezcladora, que por cada bache son aproximadamente 12 minutos (costo de energía).
- El paso siguiente es la extrusora, la cual utiliza 4 rampas de temperatura (140, 150, 160 y 170 oC para este caso), produciendo aproximadamente 5 kilogramos por hora de hilos (costos de energía y operario).
- Luego del paso anterior se peletiza el material (Los 5 kilogramos en 15 minutos), hay que tener en cuenta el costo de energía y el operario.
- Por último pasamos a la inyección, la cual tuvo un costo por hora de \$50000, donde se produjeron:
 - ✓ Mangos para practisierra, en un molde de 6 cavidades, cuyo peso es 15 g por pieza, se produjeron aproximadamente 720 por hora.
 - ✓ Llaveros, en un molde de 16 cavidades, cuyo peso es de 5 g por pieza, se produjeron aproximadamente 1920 por hora.

4. CONCLUSIONES Y CONSIDERACIONES FINALES

Este estudio mostró que es posible el desarrollo de un material compuesto a partir de poliestireno expandido y celulosa residual (CR), proveniente del lodo de papel, mezclado con estireno-butadieno-estireno (SBS). Las pruebas mecánicas mostraron que es posible aumentar la dureza y la resistencia a la tracción del material compuesto con respecto al blanco (M1), con una carga máxima de 11% de CR. Del mismo modo, se encontró que la densidad del material compuesto aumenta con el incremento de CR en la mezcla, donde las muestras con contenido entre 5 y 11% presentaron las menores densidades debido a un proceso de despentanado que probablemente no fue el óptimo como se explicó en el análisis de densidad (ver numeral 3.3.1) y su comportamiento fue variando a medida que se incrementó la CR.

Por medio de la Microscopía Electrónica de Barrido, se evidenció que la morfología superficial del material compuesto presenta una distribución más homogénea con mayor mojabilidad de las partículas de CR con respecto al polímero; cuando el contenido de carga está entre 5 y 11%; aunque cuenta con una baja densidad, se encontró que la adherencia de la CR a la matriz polimérica le brinda una mayor resistencia mecánica. Además, se observó que los planos de fractura generalmente ocurren en los límites entre la CR y la matriz polimérica, presentándose en mayor cantidad a medida que se incrementa la CR.

Los ensayos de Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) e Infrarrojo con Transformada de Fourier (FTIR) mostraron que la celulosa no varía considerablemente las características de los grupos funcionales ni la temperatura de transición vítrea del material compuesto.

Finalmente, entre todas las proporciones trabajadas, la mezcla con un contenido de 52% de SBS, 37% de poliestireno reciclado despentanado y pulverizado y 11% de CR obtuvo las resistencias a la tracción y dureza más elevadas y baja densidad, lo que la hace atractiva para la fabricación de algunas piezas comerciales; sin embargo, las otras proporciones no pueden ser descartadas ya que se pudieran ser empleadas en productos con menores exigencias mecánicas.

Al co-polímero SBS no se le realizaron pruebas, ya que es materia prima virgen y los fabricantes proporcionan las fichas técnicas de este producto con todas sus propiedades físicas, químicas, mecánicas, etc. En este trabajo de grado se trataba de evaluar el comportamiento de los residuos dentro de un material compuesto.

Por medio de este material compuesto, se puede lograr el reciclaje y la incorporación de residuos a procesos productivos, brindando un aporte a la problemática social, ambiental y económica que representa la disposición de los mismos.

El reciclaje de estos residuos trae consigo grandes beneficios para la sociedad al disminuir la cantidad de estos que llega a los rellenos sanitarios, disminuyendo a su vez la contaminación que se presenta en fuentes hídricas, suelo y aire por su disposición. Con esta reducción se minimizan también las afectaciones a la salud de las personas.

Partiendo de este trabajo se recomienda investigar con más detalle si el proceso de despentanado es totalmente necesario en la metodología, ya que los mejores resultados se presentaron en las muestras cuyo despentanado no fue el óptimo. Se recomienda también inyectar otros productos con el fin de verificar temperaturas, tiempo de llenado, velocidades del tornillo extrusor, tipos de moldes y aditivos. Al igual que trabajar con otras mezclas variando porcentajes y cargas, con el fin de encontrar la mezcla que genere productos con una calidad óptima, bajos costos y en especial que contribuyan al medio ambiente reciclando materiales que ayuden a mitigar la contaminación.

Después de extruir los hilos, se percibió un olor en estos característico del lodo papelero causado por la descomposición de la materia orgánica y la acción microbiana que se lleva a cabo en él, proveniente de la misma celulosa, lignina, hemicelulosa y del tratamiento biológico al que se someten las aguas industriales provenientes de la industria del papel donde se genera el lodo. Debido a esto se están buscando productos y métodos para la neutralización de este olor.

La intención es comercializar un producto, formando un modelo de negocio que emerja de estas pruebas de laboratorio. Se recomienda que este producto sean los pellets, los cuales darían pie a futuras piezas inyectadas, sopladas, termoformadas, etc.

REFERENCIAS

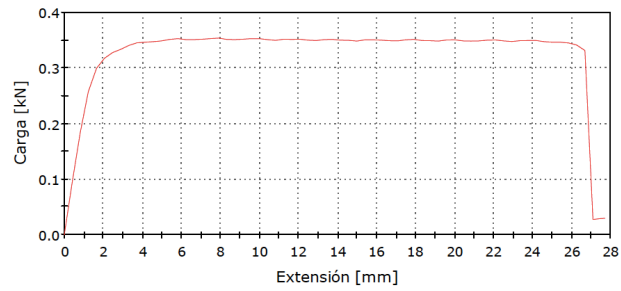
- Askeland, D. (1998). *Ciencia e ingeniería de los materiales* (3era Edición ed.). Missouri, Rolla, Estados Unidos: International Thomson Editores.
- Asociación española de materiales compuestos. (2003). *Materiales compuestos*. (A. Mirabete , & J. Cuartero , Edits.) Zaragoza, España: Reverté, S.A.
- Aminudin, E., Din, M. F. M., Mohamad, Z., Noor, Z. Z., & Iwao, K. (2011). A Review on Recycled Expanded Polystyrene Waste as Potential Thermal Reduction in Building Materials. *International Conference on Environment and Industrial Innovation*, 12, 113–118.
- Bengtsson, M., Baillif, M. Le, & Oksman, K. (2007). Extrusion and mechanical properties of highly filled cellulose fibre-polypropylene composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 38(8), 1922–1931. <http://doi.org/10.1016/j.compositesa.2007.03.004>
- González-Sánchez, C., Martínez-Aguirre, A., Pérez-García, B., Martínez-Urreaga, J., De La Orden, M. U., & Fonseca-Valero, C. (2014). Use of residual agricultural plastics and cellulose fibers for obtaining sustainable eco-composites prevents waste generation. *Journal of Cleaner Production*, 83, 228–237. <http://doi.org/10.1016/j.jclepro.2014.07.061>
- Juárez, D., Balart, R., Ferrándiz, S., & García, D. (2013). POLÍMEROS DERIVADOS DEL ESTIRENO-BUTADIENO. 3 *Ciencias*. Retrieved from <https://www.3ciencias.com/wp-content/uploads/2013/02/estireno-butadieno.pdf>
- Kennedy, J. E., & Higginbotham, C. L. (2004). Synthesis and Characterisation of Styrene Butadiene Styrene Based Grafted Copolymers for Use in Potential Biomedical Applications.
- Martínez Urreaga, J., González-Sánchez, C., Martínez-Aguirre, A., Fonseca-Valero, C., Acosta, J., & De La Orden, M. U. (2015). Sustainable eco-composites obtained from agricultural and urban waste plastic blends and residual cellulose fibers. *Journal of Cleaner Production*, 108, 1–8. <http://doi.org/10.1016/j.jclepro.2015.06.001>
- Mulinari, D. R., Voorwald, H. J. C., Odila, M., Cioffi, H., Lúcia, M., Silva, C. P., & Luz, S. M. (2009). Preparation and properties of HDPE / sugarcane bagasse cellulose composites obtained for thermokinetic mixer, 75, 317–321. <http://doi.org/10.1016/j.carbpol.2008.07.028>
- Pasquini, D., Teixeira, E. de M., Curvelo, A. A. da S., Belgacem, M. N., & Dufresne, A. (2008). Surface esterification of cellulose fibres: Processing and characterisation of low-density polyethylene/cellulose fibres composites. *Composites Science and Technology*, 68(1), 193–201. <http://doi.org/10.1016/j.compscitech.2007.05.009>

- Poletto, M., Dettenborn, J., Zeni, M., & Zattera, A. J. (2011a). Characterization of composites based on expanded polystyrene wastes and wood flour. *Waste Management*, 31(4), 779–784. <http://doi.org/10.1016/j.wasman.2010.10.027>
- Poletto, M., Dettenborn, J., Zeni, M., & Zattera, A. J. (2011b). Characterization of composites based on expanded polystyrene wastes and wood flour, 31, 779–784. <http://doi.org/10.1016/j.wasman.2010.10.027>
- Riyajan, S. A., Intharit, I., & Tangboriboonrat, P. (2012). Physical properties of polymer composite: Natural rubber glove waste/polystyrene foam waste/cellulose. *Industrial Crops and Products*, 36(1), 376–382. <http://doi.org/10.1016/j.indcrop.2011.10.017>
- Scott, G. M., & Service, U. F. (1995). Sludge Characteristics and Disposal Alternatives for the Pulp and Paper Industry1, 269–279.
- Soucy, J., Koubaa, A., Migneault, S., & Riedl, B. (2014). The potential of paper mill sludge for wood-plastic composites. *Industrial Crops and Products*, 54, 248–256. <http://doi.org/10.1016/j.indcrop.2014.01.013>
- Thakur, V. K., & Thakur, M. K. (2014). Processing and characterization of natural cellulose fibers/thermoset polymer composites. *Carbohydrate Polymers*, 109, 102–117. <http://doi.org/10.1016/j.carbpol.2014.03.039>
- Väisänen, T., Haapala, A., Lappalainen, R., & Tomppo, L. (2016). Utilization of agricultural and forest industry waste and residues in natural fiber-polymer composites: A review. *Waste Management*, 54, 62–73. <http://doi.org/10.1016/j.wasman.2016.04.037>

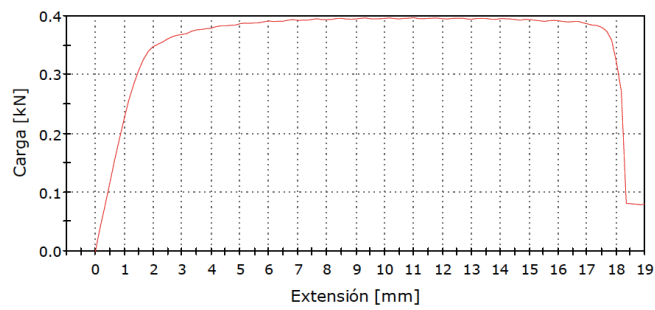
ANEXO 1

M1-0%

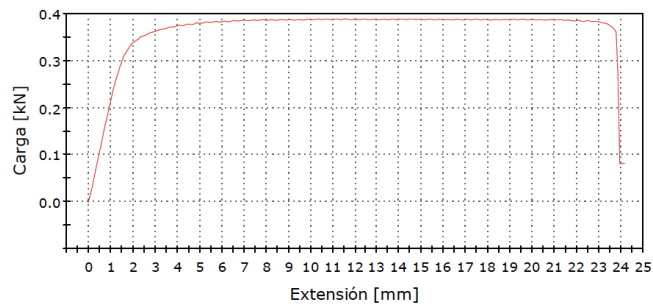
Probeta 1 a 1



Probeta 2 a 2

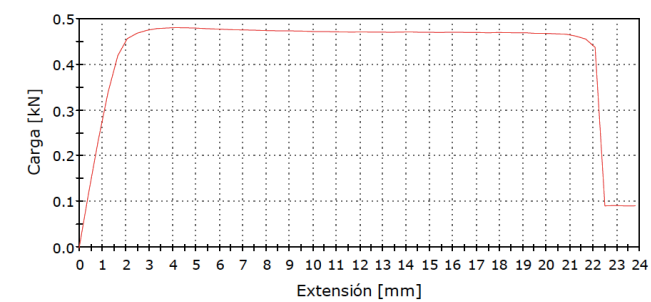


Probeta 3 a 3

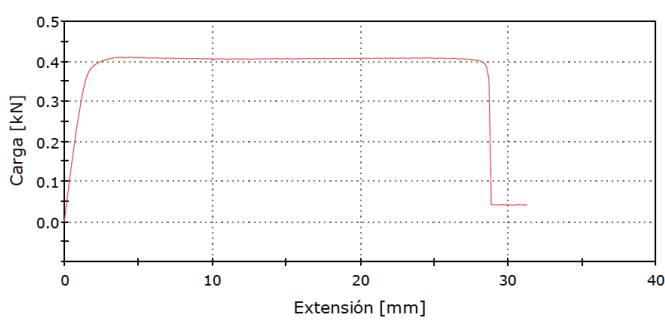


M2-5%

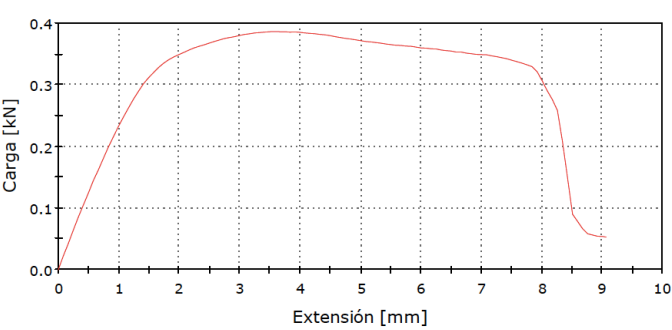
Probeta 1 a 1



Probeta 2 a 2

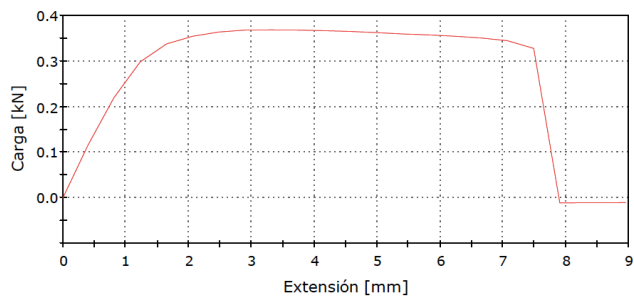


Probeta 3 a 3

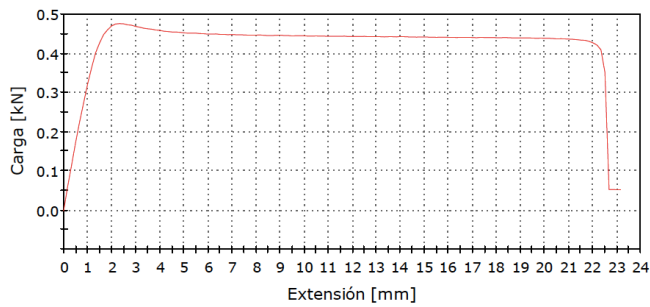


M3-11%

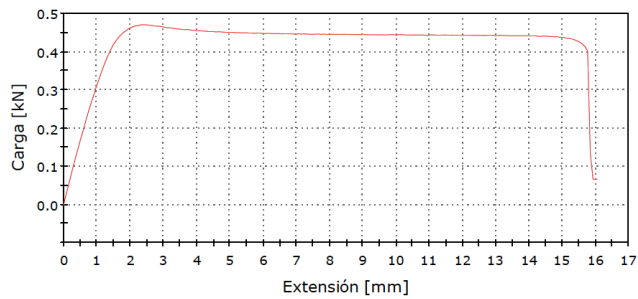
Probeta 1 a 1



Probeta 2 a 2

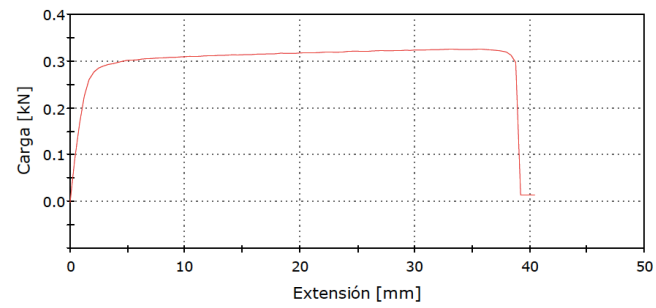


Probeta 3 a 3

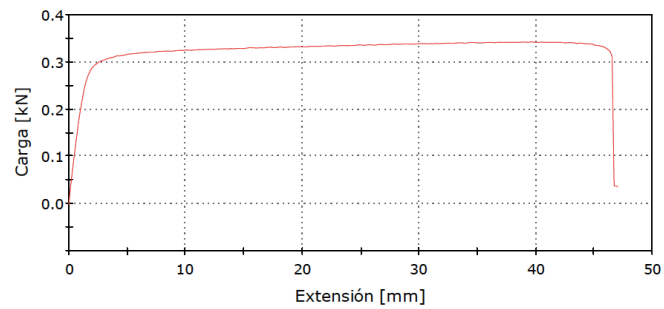


M4- 16%

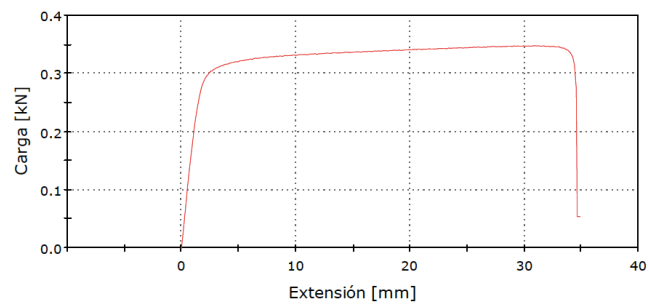
Probeta 1 a 1



Probeta 2 a 2

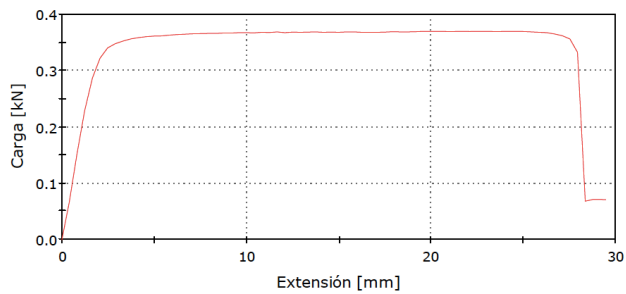


Probeta 3 a 3

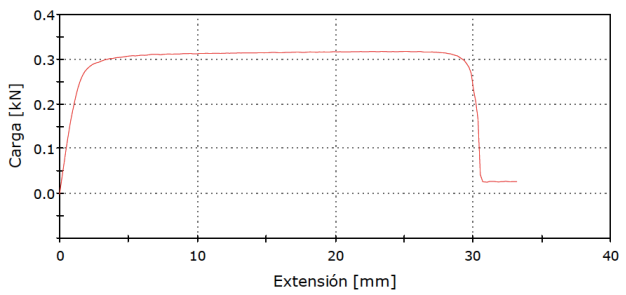


M5- 21%

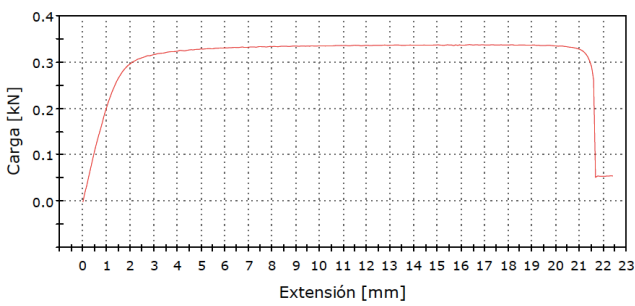
Probeta 1 a 1



Probeta 2 a 2

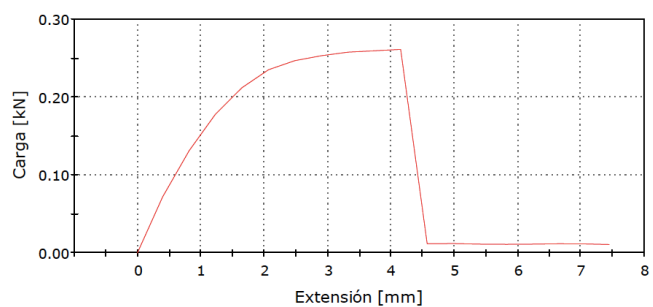


Probeta 3 a 3

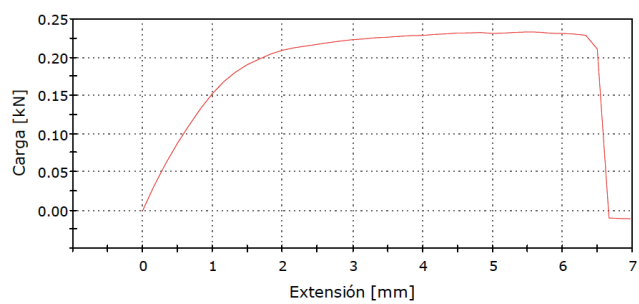


M6- 24%

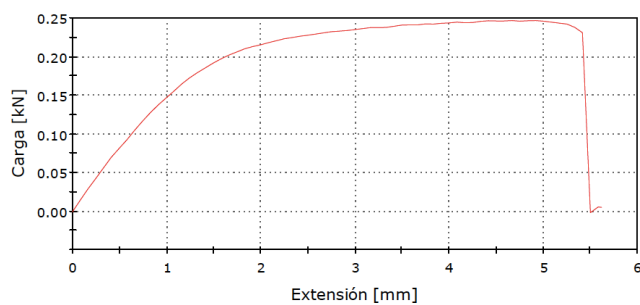
Probeta 1 a 1



Probeta 2 a 2

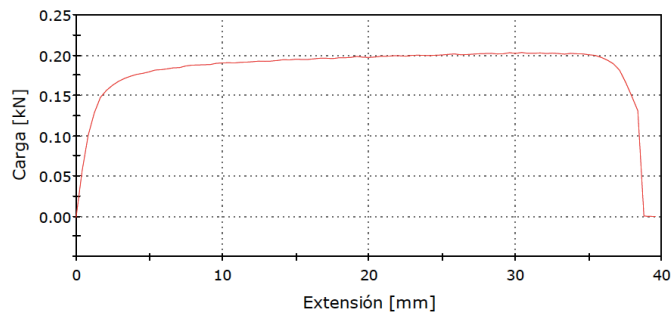


Probeta 3 a 3

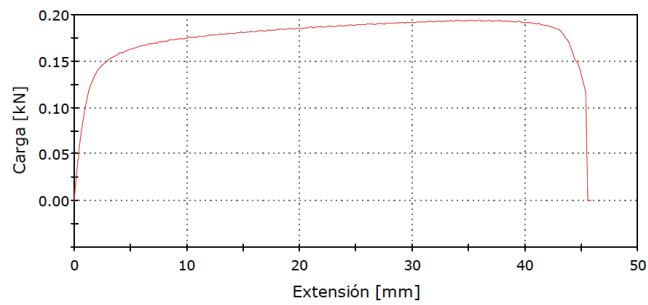


M7- 32%

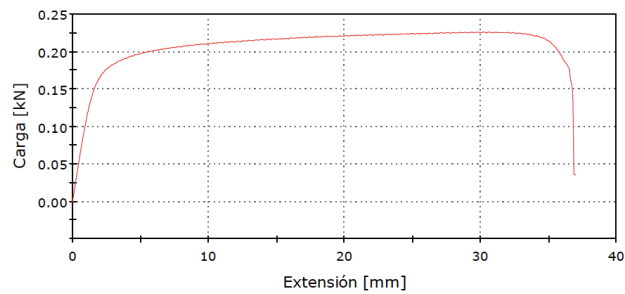
Probeta 1 a 1



Probeta 2 a 2



Probeta 3 a 3



ANEXO 2

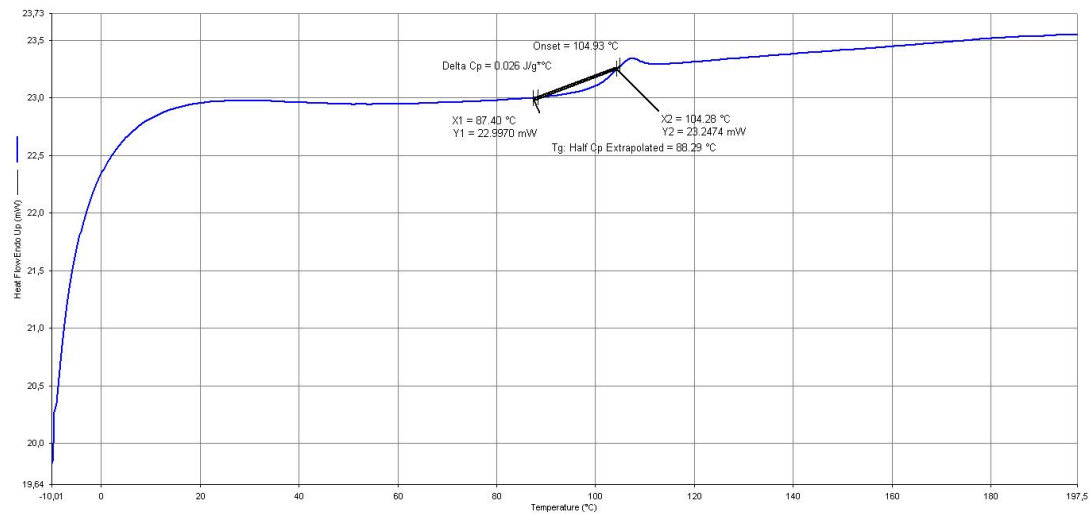


Ilustración 36. DSC M1

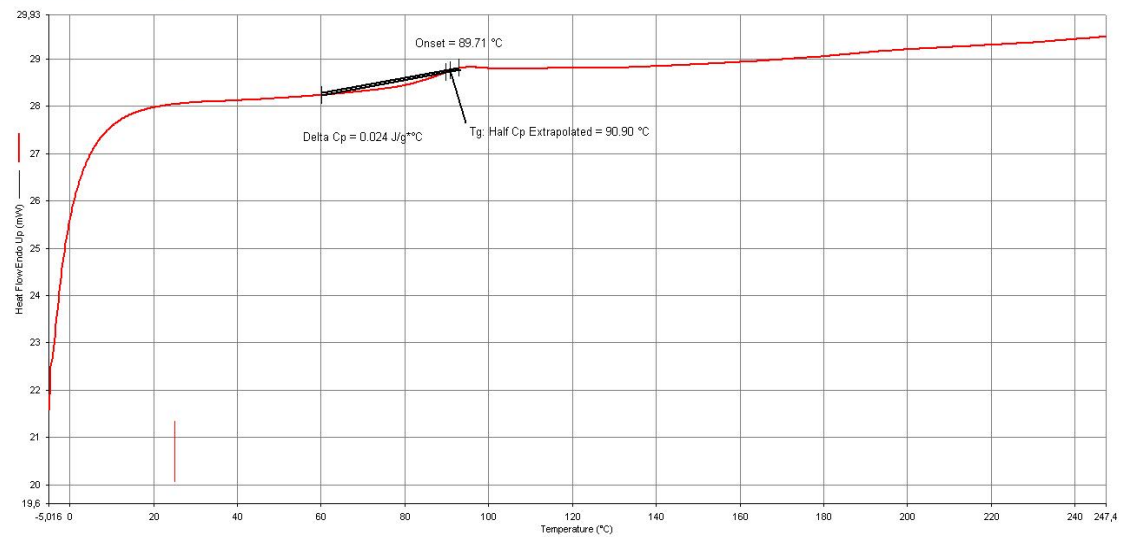


Ilustración 37. DSC M3

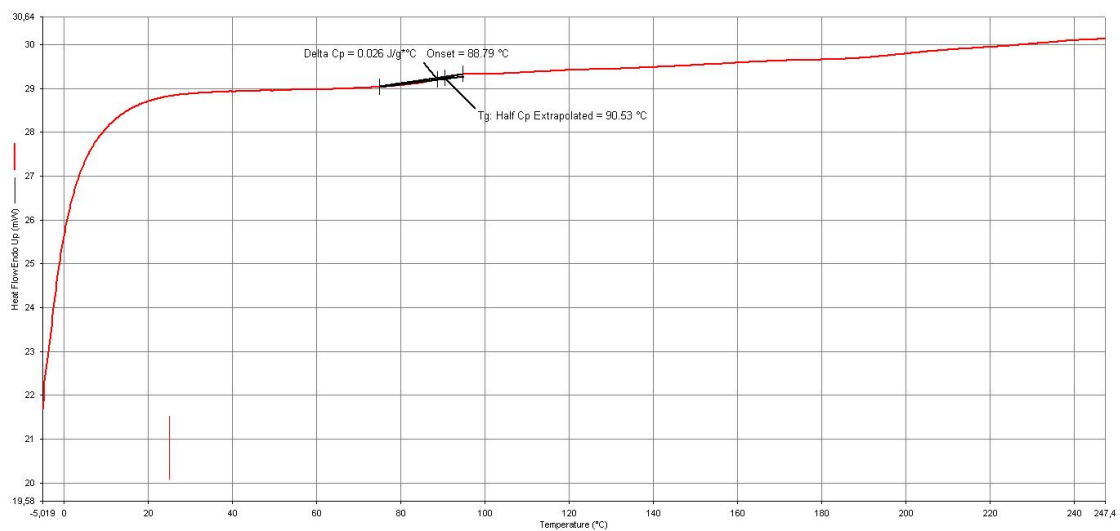


Ilustración 38. DSC M4

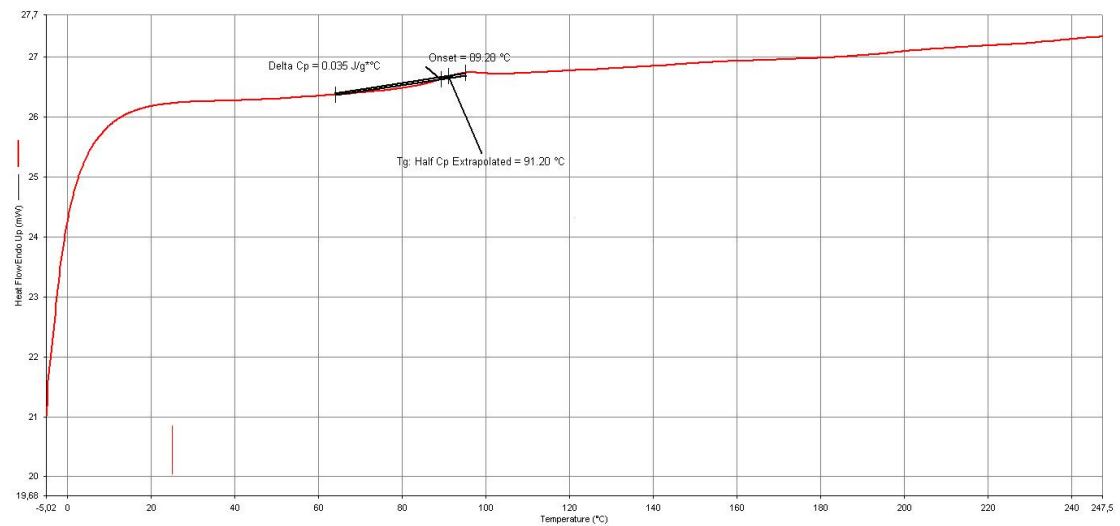


Ilustración 39. DSC M5

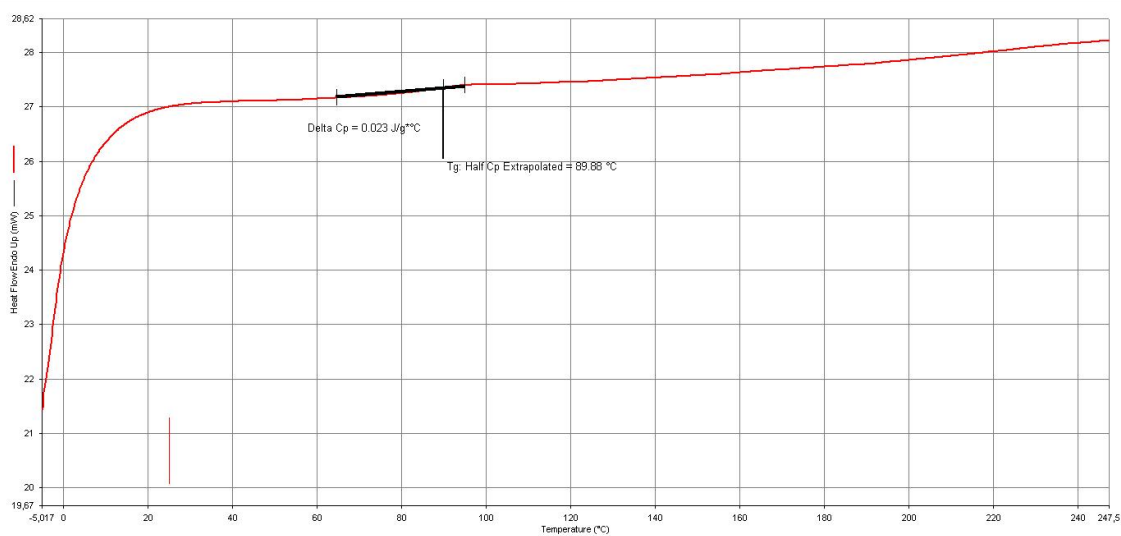


Ilustración 40. DSC M6

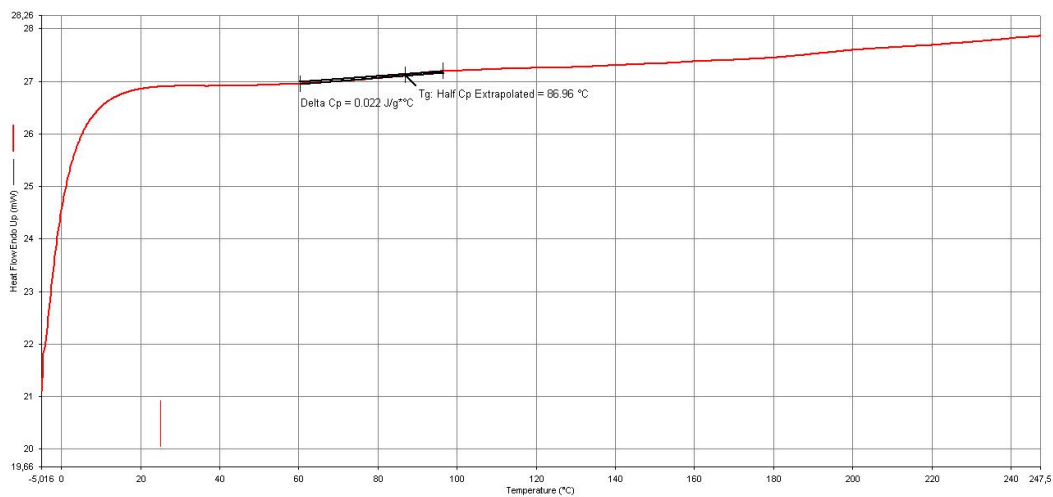


Ilustración 41. DSC M7

